



Escuela de  
Ingeniería y Arquitectura  
**Universidad** Zaragoza



# **CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE MATERIALES COMPUESTOS DE POLIETILENO DE ULTRA ALTO PESO MOLECULAR (UHMWPE) Y FIBRAS DE CARBONO.**

Proyecto Fin de Carrera

Ingeniería Técnica Industrial Mecánica

Convocatoria de Marzo 2013

**AUTOR:** María Embid Larrosa

**DIRECTOR:** Francisco Javier Pascual Aranzana

**PONENTE:** Dr. José Antonio Puértolas Rrafales

**DEPARTAMENTO:** Ciencia y Tecnología de Materiales y Fluidos

# **ÍNDICE**

<b>1. INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>4</b>
1.1. ANTECEDENTES. POLIETILENO DE ULTRA ALTO PESO MOLECULAR (UHMWPE) .....	4
1.2. ANTECEDENTES. MATERIALES COMPUESTOS DE UHMWPE REFORZADO CON FIBRAS DE CARBONO.....	7
<b>2. OBJETIVOS DEL PROYECTO .....</b>	<b>8</b>
<b>3. PROCESADO DEL MATERIAL .....</b>	<b>9</b>
3.1. MATERIALES.....	9
3.2. MÉTODOS DE MEZCLA .....	11
3.3. MÉTODO DE CONSOLIDACIÓN .....	13
3.4. OBTENCIÓN DE LAS PROBETAS .....	14
<b>4. ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL .....</b>	<b>15</b>
4.1. INTRODUCCIÓN.....	15
4.2. DESCRIPCIÓN DEL ENSAYO .....	15
4.3. REALIZACIÓN DEL ENSAYO .....	17
4.5. RESULTADOS DEL ENSAYO.....	19
4.6. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM).....	28
<b>5. ENSAYO DE COMPRESIÓN UNIAXIAL.....</b>	<b>30</b>
5.1. INTRODUCCIÓN Y DESCRIPCIÓN DEL ENSAYO .....	30
5.2. REALIZACIÓN DEL ENSAYO .....	31
5.3. RESULTADO DE LOS ENSAYOS .....	32
<b>6. ENSAYO DE DUREZA SHORE .....</b>	<b>34</b>
6.1. INTRODUCCIÓN Y DESCRIPCIÓN DEL PROCESO .....	34
6.2. REALIZACIÓN DEL ENSAYO .....	36
6.3. RESULTADOS DEL ENSAYO.....	36
<b>7. ENSAYO DE INDENTACIÓN.....</b>	<b>38</b>
7.1. INTRODUCCIÓN A LA INDENTACIÓN.....	38
7.2. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO .....	40
7.3. RESULTADOS DEL ENSAYO.....	41
<b>8. ENSAYO DE “SMALL PUNCH TEST” (SPT) .....</b>	<b>44</b>
8.1. INTRODUCCIÓN Y DESCRIPCIÓN.....	44

8.2. REALIZACIÓN DEL ENSAYO .....	46
8.3. RESULTADOS Y CONCLUSIONES .....	47
<b>9. CONCLUSIONES.....</b>	<b>53</b>
<b>10. REFERENCIAS.....</b>	<b>54</b>
<b>11. RESUMEN ZAGUAN .....</b>	<b>55</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>56</b>
GUÍA DE USO MÁQUINA INSTRON.....	56

## **AGRADECIMIENTOS**

Me gustaría dar las gracias al Dr. José Antonio Puértolas Ráfales y a Francisco Javier Pascual Aranzana por darme la oportunidad de poder realizar este proyecto y aprender de ellos, así como por su ayuda prestada. A Ana Boned por su apoyo y ayuda prestada durante todos estos meses. También a todo el personal del Área de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica por su colaboración en todo este tiempo.

Muchas gracias.

## **1. INTRODUCCIÓN**

La implantación de biomateriales en el cuerpo humano permite restituir funciones biológicas y mecánicas, mejorando la calidad de vida de la población. En las últimas décadas el número de prótesis implantadas en el mundo ha aumentado considerablemente, llegando a 2 millones de intervenciones al año.

Cada día las prótesis son utilizadas en mayor medida para pacientes de edad moderada y actividad alta, incluso deportiva. Por eso, para alargar su vida operativa y retrasar su reemplazo, se sigue investigando como mejorar el polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE). Para ello se estudian el comportamiento mecánico, las propiedades superficiales (material base o recubrimientos) y los cambios en su estructura.

Una manera de alargar la vida del UHMWPE es reducir los problemas de oxidación, de desgaste o de infección que presentan las prótesis articulares a largo plazo. Para ello, se realiza una valoración biológica sólida de todas las propuestas de innovación del material.

### **1.1 ANTECEDENTES. POLIETILENO DE ULTRA ALTO PESO MOLECULAR (UHMWPE)**

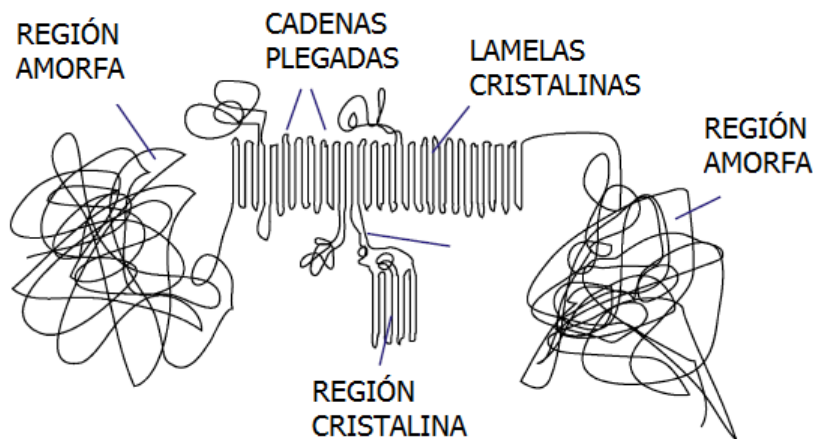
El polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE) es un polímero con excelentes propiedades físicas y mecánicas. Son de destacar: su alto peso molecular ( $3-6 \times 10^6$  g/mol), su microestructura semicristalina, rigidez y límite elástico adecuados a la aplicación biológica, buena resistencia al impacto, alta resistencia a la fatiga, elevada deformación a la rotura y bajo coeficiente de fricción. También hay que destacar sus propiedades de autolubricación, alta resistencia química, y especialmente su biocompatibilidad. Todas estas propiedades junto con la alta resistencia al desgaste revelan su alto interés clínico y su extendido uso como material ortopédico.

El UHMWPE está formado por una microestructura semicristalina, esto quiere decir que consta de una región cristalina y otra amorfa (entorno al 50% cada una). Ambas regiones están conectadas a través de las moléculas lazo, las promotoras de las excelentes propiedades mecánicas de este polímero.

La región cristalina está formada por moléculas ordenadas en estructuras lamelares muy definidas, mientras la región amorfa está compuesta por moléculas colocadas aleatoriamente produciendo una alta densidad de ovillamiento. Algunos factores como su peso molecular, las condiciones de procesamiento (temperatura, presión, etc) o las condiciones del ambiente

determinan el grado y la orientación de las regiones cristalinas. Respecto a las lamelas cristalinas son microscópicas y por tanto invisibles al ojo humano. Éstas difractan la luz visible, dando al UHMWPE una apariencia blanca, opaca a temperatura ambiente (a temperaturas superiores a la temperatura de fusión del material, en torno a 137 °C, su apariencia cambia a translúcida).

La larguísima cadena molecular del UHMWPE se puede entender como un gran ovillo de lana. La temperatura a la que son sometidas determina su mayor o menor movilidad; cuando se enfría por debajo de la temperatura de fusión, la cadena molecular del polietileno tiene tendencia a doblarse y crear pliegues por los enlaces C=C, hasta quedar completamente ordenadas todas las lamelas cristalinas.



*Figura 1. Esquema gráfico de la estructura del UHMWPE.*

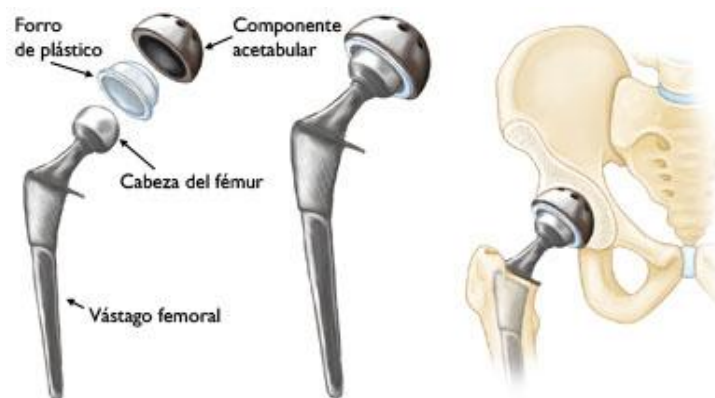
La morfología cristalina del UHMWPE puede ser visualizado utilizando microscopía electrónica de barrido (SEM), como veremos más adelante.

Este tipo de polietileno no siempre se dedica a aplicaciones biomédicas. Se estima que el 90% de UHMWPE producido en el mundo es utilizado en el sector industrial. Algunas aplicaciones son chalecos antibalas, revestimiento de parachoques, aserraderos, en la minería, en la industria del embotellado, etc.

En el campo de la ortopedia, desde la década de los setenta, el UHMWPE ha tenido gran importancia como material destinado a desempeñar la función de interposición y soporte en las articulaciones artificiales. Las más comunes son las de cadera y rodilla, y la configuración más aceptada se basa en el par de fricción metal-polietileno. Después de la técnica quirúrgica, la elección adecuada del tipo de implante a utilizar es clave.



*Figura 2. Artroplastia de rodilla.*



*Figura 3. Reemplazo total de cadera.*

En concordancia con las normas establecidas por los países nórdicos (Suecia, Finlandia, Noruega, etc) el rendimiento clínico de todas las articulaciones artificiales implantadas está estimado en una duración de entre 12 y 15 años.

El tiempo de vida de las prótesis se rige por los problemas de infección y osteolisis, y por el desgaste del UHMWPE; todo esto, provoca una reacción que conduce a la destrucción de la masa ósea. Actualmente se están investigando los problemas de desgaste y se están introduciendo modificaciones en el UHMWPE. A pesar de esto, el polietileno continúa siendo el material de elección en los reemplazos total de rodilla y cadera.

El método de la variación microestructural utilizado para mejorar la resistencia al desgaste es la irradiación con rayos gamma (produce entrecruzamiento de cadenas). Al irradiar el material se

consigue esterilizarlo de una manera más rápida, segura y completa que otros métodos convencionales (óxido de etileno). No obstante, también genera radicales libres que, en presencia de oxígeno provocan un inconveniente como es la oxidación del polímero, produciendo reducciones dramáticas en las propiedades mecánicas de los polímeros a largo plazo.

## **1.2 ANTECEDENTES. MATERIALES COMPUESTOS DE UHMWPE CON FIBRAS DE CARBONO**

En los años 1970-1980, un material compuesto de UHMWPE reforzado con fibras de carbono cortas y orientadas al azar dentro de la matriz polimérica fue comercializado bajo el nombre de Poly II (Zimmer Inc.). Este polímero implantado en seres humanos como prótesis articular fue obtenido mediante un proceso de moldeo por compresión directa.



*Figura 4. Fibras de carbono cortas*

Inicialmente, el polietileno reforzado con fibras de carbono supuso una mejora en el comportamiento a desgaste y en las propiedades mecánicas frente al polietileno sin reforzar. También se obtuvieron una serie de mejoras como la resistencia a flexión, el módulo de elasticidad, mayor rigidez e inferior desgaste.

A partir de entonces las investigaciones fueron en aumento; Ainsworth encontró unos parámetros en los que se registraba una mayor deformación elástica a compresión. Por el contrario, Rostoker y Galante descubrieron que el refuerzo de fibra de carbono era el causante de la disminución significativa en la deformación por fluencia del compuesto.

Por último, el estudio realizado por Wright, concluyó que el refuerzo de fibra de carbono proporcionaba un 88% más de rigidez que un polietileno virgen, y un 17% más de carga máxima a compresión. Adicionalmente, los estudios de biocompatibilidad dieron como resultado una respuesta satisfactoria. Sin embargo, estos estudios también mostraron que



estas mejoras disminuían la resistencia frente a la formación de grietas debido a la baja adhesión matriz-fibra, de manera que el polietileno reforzado tenía ocho veces mayor tasa de probabilidad de sufrir grietas por fatiga que un polietileno virgen. Posteriores pruebas también mostraron un evidente desgaste abrasivo en las zonas de contacto con las partes metálicas. Estudios adicionales realizados por Scippa y Piekarsi observaron que el compuesto no daba buenos resultados a tensión debido al daño sufrido por la fibra en el moldeo por inyección y la fusión incompleta de las partículas.

En los primeros implantes también surgieron problemas como la consolidación incompleta del polvo y las fibras. Debido al rendimiento catastrófico de las primeras series clínicas que incluyeron implantes mal consolidados, así como a las evidentes deficiencias en las propiedades de fractura del compuesto, el material fue puesto en cuestión. El uso clínico de este componente persistió en la década de los 80, hasta que fue abandonado, y hay pocos estudios que hayan documentado su rendimiento a largo plazo. Sorprendentemente, en un reciente estudio de implantes tibiales Poly II (Zimmer Inc.) retirados tras un promedio de 11 años se comprobó que algunos de estos componentes lograron sobrevivir más de dos décadas en los pacientes.

En conclusión, los ensayos y análisis disponibles en el momento del desarrollo de dicho compuesto no fueron capaces de realizar una simulación aceptable de los modos de fallo del material. Y, sobre todo, las primeras series de implantes de UHMWPE reforzado con fibras de carbono acusaron una incorrecta consolidación que les llevó a cosechar un pobre rendimiento clínico. Sin embargo a pesar de los casos fallidos, hubo componentes que presentaron excelentes resultados clínicos a largo plazo. Estos hallazgos sirvieron de base para iniciar una investigación en materiales compuestos de UHMWPE. Estudios recientes de implantes retirados han documentado unos resultados clínicos comparables o superiores a los obtenidos por implantes de UHMWPE no reforzado.

## **2. OBJETIVOS DEL PROYECTO**

Las propiedades de cualquier polímero semicristalino están intrínsecamente ligadas a su estructura química, peso molecular, organización cristalina e historia térmica. Todos estos factores así como los procesos mecánicos a los que se somete el material influyen de una manera considerable en las propiedades finales del mismo.

En este proyecto se plantean los siguientes objetivos:

1. Producción, consolidación y caracterización del compuesto del polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE) reforzado con fibras de carbono a diferentes porcentajes, a saber, 0%, 0,5%, 1% y 3%,.
2. Caracterizar el comportamiento frente a los ensayos de tracción uniaxial y de compresión uniaxial de los compuestos reforzados con fibras de carbono en estado virgen e irradiado mediante irradiación gamma (dosis 90 kGy, denotados IF). Las muestras se irradiaron en ARAGOGAMMA S.A., Les Franqueses del Vallés, Barcelona.
3. Conocer la dureza superficial de los diferentes compuestos vírgenes e irradiados reforzados con fibra de carbono a diferentes porcentajes mediante un durómetro Shore.
4. Observación de la resistencia que presenta el material a la deformación superficial por contacto con un cuerpo duro mediante el ensayo de indentación de una esfera.
5. Caracterización mecánica del material mediante el ensayo biaxial de punzonamiento en miniatura, o “small punch” en inglés.

### **3. CONFORMACIÓN DEL MATERIAL**

#### **3.1. MATERIALES**

Los materiales elegidos para realizar el proyecto son: UHMWPE (polietileno de ultra alto peso molecular) en forma de polvo y suministrado por Goodfellow (GF) y, fibras de carbono de tipo Hexcel Magmamite<sup>®</sup> cortadas a 3,2 mm de largo, fabricadas por la empresa Hexcel y facilitadas por la Universidad de Drexel, EEUU.

A continuación se presentan las propiedades y los valores característicos de los productos facilitados por los proveedores:

## GOODFELLOW

Material	Polietileno – U.H.M.W.
Fórmula	UHMWPE
Densidad (g cm <sup>-3</sup> )	0,94
Alargamiento a la rotura (%)	500
Coeficiente de fricción	0,1 – 0,2
Módulo de tracción (GPa)	0,2 – 1,2
Coeficiente de Poisson	0,46

Tabla 1. Propiedades de Goodfellow

## FIBRAS de CARBONO MAGNAMITE HEXCEL

Material	Magnamite Carbon Fiber
Densidad (g / cc)	1,76 – 1,80
Peso / longitud (g / m)	0,167 – 0,858
Módulo de Tracción (GPa)	228 - 304
Resistencia a la tracción (MPa)	4,278 – 6,141
Tensión (%)	1,74 - 2,10
Numero de filamentos	3000 - 12000

Tabla 2. Propiedades fibras de carbono Hexcel

Las fibras de carbono Magnamite<sup>®</sup> son un tipo de fibra corta producida a partir de fibras de materiales predecesores de base de carbono, de la familia de los PAN (poli-acrilo-nitrilo). Estas fibras de carbono se usan habitualmente como rellenos no orientados de materiales compuestos.

Para mejorar la compatibilidad de la mezcla matriz-fibra se usan unas fibras cortas de 6,2 mm de longitud. En este caso, con objeto de facilitar aún más la mezcla se ha elegido un tamaño de fibra no estándar de 3,1 mm de longitud. Las fibras de carbono están ligeramente unidas entre sí por el proceso de corte y se deben separar mediante un proceso de suspensión.

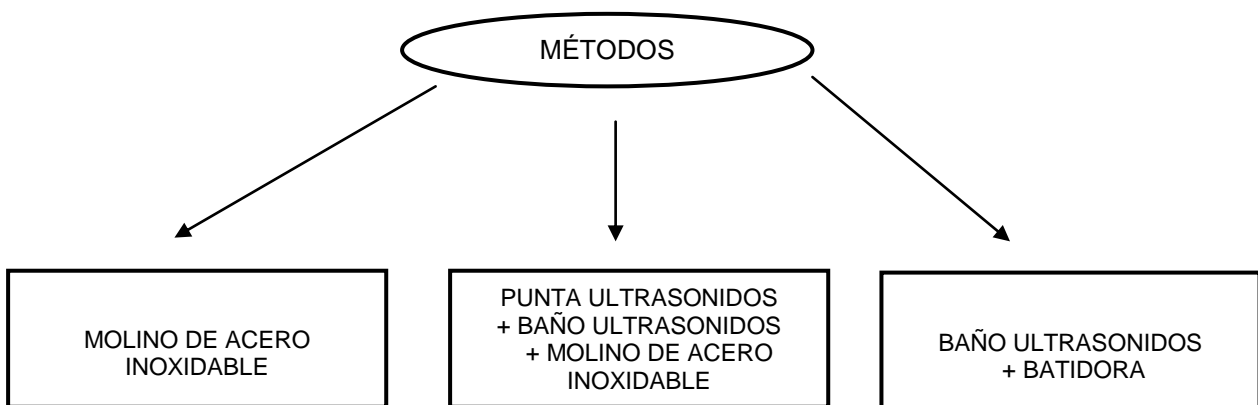
La fabricación a temperaturas extremadamente altas de estas fibras de carbono produce una excelente relación resistencia-peso basada en los procesos de oxidación, carbonización y grafitización. La empresa Hexcel de cara a optimizar la adherencia y conformación del material produce fibras con un tamaño controlado y con un tratamiento en la superficie. La fibra de carbono resultante, según el fabricante, es más fuerte que el acero, más ligera que el aluminio y tan rígida como el titanio.

La adición de fibras de carbono cortadas para compuestos de moldeo produce, según su fabricante, un incremento de su resistencia y módulo elástico, excelente resistencia a la fatiga y a la termofluencia, baja expansión térmica, buena conductividad eléctrica y térmica, mejora el coeficiente de fricción y la resistencia al desgaste, y reduce la contracción en el conformado.

### 3.2. MÉTODOS DE MEZCLA

La primera fase del proyecto ha consistido en la obtención de una consolidación homogénea de polietileno en polvo y fibras de carbono a través de diferentes métodos. Para ello se han realizado numerosas pruebas para comprobar cuál es la más adecuada.

Las distintas pruebas realizadas se resumen en tres métodos principales:



En primer lugar, para intentar separar las fibras de carbono se ha usado un molino de bolas de acero inoxidable. En el interior del molino, durante un tiempo y unas revoluciones determinadas, se han introducido las fibras de carbono junto con las bolas de esteatita. Pasado ese tiempo se probó a añadir polietileno, pero se observó una total rotura de las fibras.

Una vez analizados los datos anteriores, se realizó una nueva molienda de las fibras de carbono y el polietileno juntos, invirtiendo el mismo tiempo y revoluciones que en el caso anterior; esta vez se pudo apreciar que las fibras no se habían roto y que además gran cantidad de ellas todavía no se habían separado correctamente.

A partir de aquí, se realizaron varias moliendas de las fibras de carbono junto con el polietileno a distintos tiempos para comprobar que importancia tenía el tiempo en la rotura de las fibras, dando como resultado, que a pesar de mezclar las fibras con el polietileno no se produjo una

degradación de las fibras ni una separación de ellas. A mayor tiempo de rotación de la molienda mayor degradación de las fibras.

Una vez comprobado que al realizar la mezcla directa con el molino de acero inoxidable no se han obtenido los resultados esperados, se pasó a intentar obtener la separación de las fibras mediante la punta de ultrasonidos. Este método consiste en mezclar las fibras de carbono con diferentes disolventes (acetona y etanol), después de realizar varias pruebas se rechazó el etanol puesto que no se observó separación de las fibras.

Posteriormente, en la punta de ultrasonidos se pusieron durante un tiempo lo suficientemente largo las fibras con acetona, durante este tiempo se pudo comprobar que las fibras se acababan separando y volviéndose a juntar formando nódulos, la disgregación de estos nódulos se realizó mediante un baño de ultrasonidos. Con el baño de ultrasonidos las fibras quedaron separadas completamente.

Una vez conseguido un método correcto la idea principal fue ganar tiempo en su realización. Para ello, se comprobó que sustituyendo la punta de ultrasonidos por un agitado manual de las fibras con acetona se conseguía el mismo resultado.

Una vez se separaron las fibras de carbono, se procedió a mezclarlas con el UHMWPE con una batidora y accesorio mezclador a diferentes ciclos y potencia, dependiendo de la cantidad de fibras. La mezcla se realizó en un recipiente y mediante una batidora de uso comercial de la marca BOSCH para alimentos, el recipiente se llenó siempre con 30 gramos de mezcla.

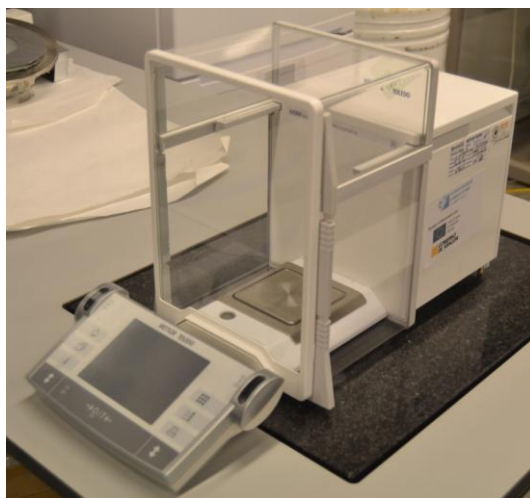
Los porcentajes de fibras de carbono usados para la realización de los discos que después se ensayaron fueron del 0%, 0,5 %, 1% y 3%. Para porcentajes pequeños 0,5% y 1%, las mezclas en la batidora se realizaron con facilidad pero conforme fue aumentando el porcentaje se observó que se formaban pequeños nódulos de fibras imposibles de separar, muy visibles en discos del 5% o superior. Por lo tanto, este método se clasifica como viable para contenidos en fibra igual o superior al 3%.

En resumen, el método usado para la conformación de la mezcla homogénea de las fibras de carbono y el polietileno en polvo ha sido primero, agitado de las fibras de carbono con acetona a mano, a continuación separación definitiva de las fibras mediante baño de ultrasonidos y por último, mezclado de las fibras con UHMWPE en la batidora.

### **3.3. MÉTODO DE CONSOLIDACIÓN**

Una vez obtenida la mezcla se procede a su consolidación siguiendo el proceso industrial de fabricación de materiales para prótesis.

Lo primero de todo es pesar correctamente la cantidad necesaria de material. Para pesar el material y conseguir una cantidad precisa entre las fibras de carbono y el UHMWPE se utilizó una balanza (Mettler Toledo, Suiza) con una resolución de 0,0001 g, la cual se muestra a continuación.



*Figura 5. Balanza (Mettler Toledo, Suiza)*

El proceso empleado en este proyecto para la consolidación del material ha sido el moldeo por compresión. Este tipo de proceso de termoconformado del material se realiza mediante una prensa hidráulica (Specac, UK), equipada con placas calefactoras y un controlador de temperatura. Las características en cuanto a presión y temperatura utilizadas son respectivamente, 15 MPa y 175°C.



*Figura 6. Prensa hidráulica utilizada para realizar el termoconformado.*

El primer paso de la consolidación es rellenar el molde de la *figura 7* con la mezcla. Según el espesor final deseado para el disco, se introducen unos gramos u otros de mezcla. Para la obtención de discos de 4 mm de espesor se introducen 24 gramos de mezcla en el molde (estos discos serán usados para obtener las probetas de los ensayos de tracción, compresión, indentación y dureza Shore), para los discos de 0,5 mm de espesor la cantidad necesaria a introducir es de 3 gramos (para los ensayos de “small punch”).

Una vez introducida la cantidad necesaria en el molde, se encaja el molde en la prensa programando la temperatura a la que se quiere realizar el conformado. Cuando el molde alcanza la temperatura establecida, se debe ajustar la presión a  $P=15$  MPa (presión a la que se realizaron todos los conformados) y mantenerla durante el tiempo de la consolidación. Una vez finalizada la consolidación, se debe dejar enfriar el molde hasta alcanzar la temperatura de 40 °C; después de procede al desmoldeado de los discos.



*Figura 7. Molde para realizar los discos.*

### **3.4. OBTENCIÓN DE LAS PROBETAS**

Una vez consolidada la mezcla y obtenidos los diferentes discos a diferentes espesores es necesario obtener las probetas para realizar los ensayos.

Las probetas se realizan en el taller de mecanizado mediante diferentes máquinas. Las usadas en el ensayo de tracción fueron mecanizadas mediante una máquina fresadora dando como resultado probetas tipo “hueso de perro” s/ ASTM D 638 M. Las probetas para los ensayos de compresión se realizaron a partir de los discos consolidados mediante un sacabocados de sección circular y  $\varnothing$  9 mm en una prensa de taller.

Las probetas de “small punch” se obtuvieron mediante el conformado de discos de espesor 0,5 mm y su posterior corte mediante un sacabocados de  $\varnothing$  6,35 mm.

## **4. ENSAYOS DE TRACCIÓN UNIAXIAL**

### **4.1. INTRODUCCIÓN**

El ensayo de tracción consiste en someter una probeta a una carga uniaxial de forma gradual y creciente es decir, estática, hasta que ocurra el fallo de la misma.

Las posibles causas por las cuales el ensayo podría presentar irregularidades y originaria una deficiente interpretación de los datos obtenidos son:

- Superficie defectuosa con rasguños, marcas, etc.
- Atmosfera y humedad relativa no apropiadas.
- Errores de calibración.
- Mala elección en la velocidad.
- Discontinuidad en la aplicación de la fuerza.
- Inadecuada sujeción de las probetas.

Con el ensayo de tracción se pueden determinar las propiedades mecánicas de los materiales, sus características de resistencia y deformabilidad.

### **4.2. DESCRIPCIÓN DEL ENSAYO**

El procedimiento empleado en la realización del ensayo de tracción es el siguiente:

- Realizar dos marcas de referencia sobre la probeta.
- Medir con el micrómetro el espesor de la probeta y determinar el área transversal de la misma antes y después del ensayo.
- Colocar la probeta en los dispositivos de sujeción (mordazas) comprobando el posicionamiento correcto.
- Aplicar la carga uniformemente hasta lograr la ruptura de la probeta.
- Después de que la probeta ha fallado, se retira de la máquina de ensayo y se comprueba que la rotura se ha producido entre las dos marcas de referencia realizadas en el primer paso.

Las propiedades más importantes que se pueden medir en la curva tensión-deformación son:

- Módulo elástico o módulo de Young (E): el tramo inicial de la curva, que generalmente es recto, da información del comportamiento elástico del material, es decir sobre la



relación entre esfuerzos y deformaciones cuando estas son recuperables. La pendiente del tramo inicial de la curva es una medida de rigidez del material.

- El límite elástico ( $\sigma_y$ ): es la tensión mínima que hay que aplicar para que aparezcan deformaciones permanentes en el material. Se define el límite elástico convencional como el esfuerzo necesario para provocar una deformación plástica predefinida.
- La resistencia a la tracción: coincide con el valor máximo del esfuerzo. Es la tensión que hay que aplicar para que se produzca la rotura de la probeta en las condiciones del ensayo.
- El alargamiento a la rotura (A): es la extensión que presenta la probeta tras el fallo.

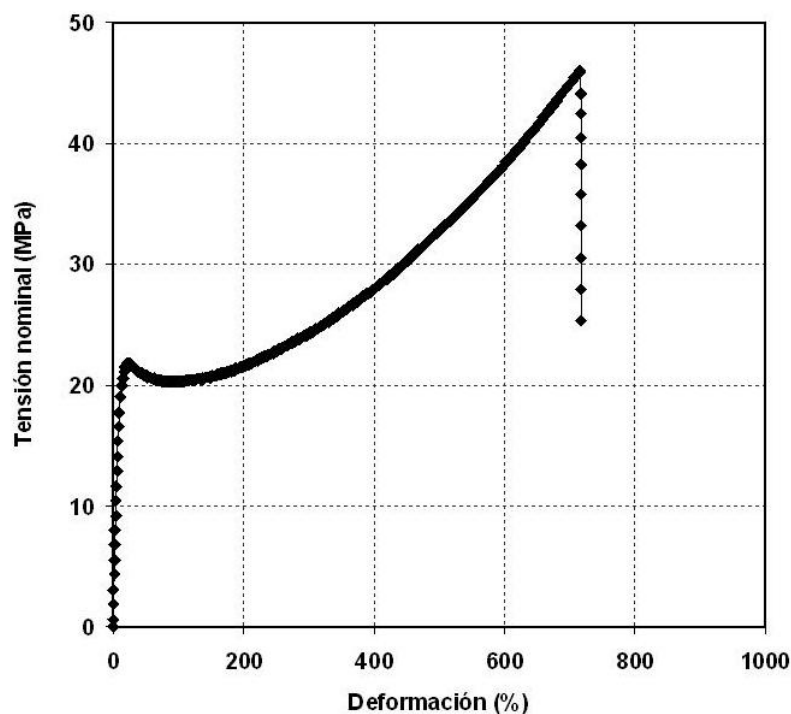


Figura 8. Gráfica de la curva tensión – deformación.

Dentro de esta gráfica se presentan cuatro zonas bien diferenciadas:

1. Deformaciones elásticas: las deformaciones que se reparten a lo largo de la probeta son de pequeña magnitud y, si se retira la carga aplicada, la probeta recuperaría su forma inicial. El coeficiente de proporcionalidad entre la tensión y la deformación se denomina módulo de elasticidad o de Young y es característico del material.
2. Fluencia: es la deformación brusca de la probeta sin incremento de la carga aplicada.

3. Deformaciones plásticas: si se retira la carga aplicada en dicha zona, la probeta recupera sólo parcialmente su forma quedando deformada permanentemente. Las deformaciones en esta región son más acusadas que en la zona elástica.

#### **4.3. REALIZACIÓN DEL ENSAYO**

Los ensayos de tracción se han realizado usando una máquina universal de ensayos Instron 5565.



*Figura 9. Máquina Instron 5565, utilizada para ensayos de tracción y compresión.*

Este tipo de ensayo es utilizado para determinar las características mecánicas a flexión. Consiste en el registro de la curva tensión - deformación de una probeta sujeta por dos puntos y cargada en la mitad de su longitud.

Estos ensayos han sido realizados según las directrices marcadas por la norma ASTM 638M. Las probetas ensayadas, como propone la citada norma, son del tipo III. Estas probetas, de sección rectangular, presentan las siguientes dimensiones para la zona ensayada: 10 x 2,5 x 4 mm. La temperatura y el ritmo de deformación utilizados fueron  $24 \pm 1$  °C y 10 mm/min, respectivamente. Se han ensayado al menos tres probetas por cada material.



*Figura 10. Sujeción de la probeta en los ensayos de tracción.*

Para cada ensayo se han graficado dos tipos de curvas, la curva ingenieril o nominal y la curva real. La principal diferencia entre ambas es que, en la curva real se tiene en cuenta la disminución de la sección una vez superado el régimen elástico de deformación en el ensayo de tracción. Dado que durante el ensayo no hay cambios significativos en el volumen de la probeta, es posible establecer relaciones matemáticas entre los parámetros nominales y los reales. Estas fórmulas son las siguientes:

$$\varepsilon_N = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (\text{Eq. 1})$$

$$\varepsilon = \ln(1 + \varepsilon_N) \quad (\text{Eq. 2})$$

$$\sigma_N = \frac{P}{A_0} \quad (\text{Eq. 3})$$

$$\sigma = \sigma_N(1 + \varepsilon_N) \quad (\text{Eq. 4})$$

Donde:

- $\varepsilon_N$  : Deformación nominal o ingenieril.
- $l$  : Longitud final de la probeta.
- $l_0$  : Longitud inicial de la probeta.
- $\varepsilon$  : Deformación real.
- $P$  : Carga aplicada sobre la probeta (N).
- $A_0$  : Área inicial sobre la que se aplica la carga (mm<sup>2</sup>).
- $\sigma_N$  : Tensión nominal o ingenieril.
- $\sigma$  : Tensión real.

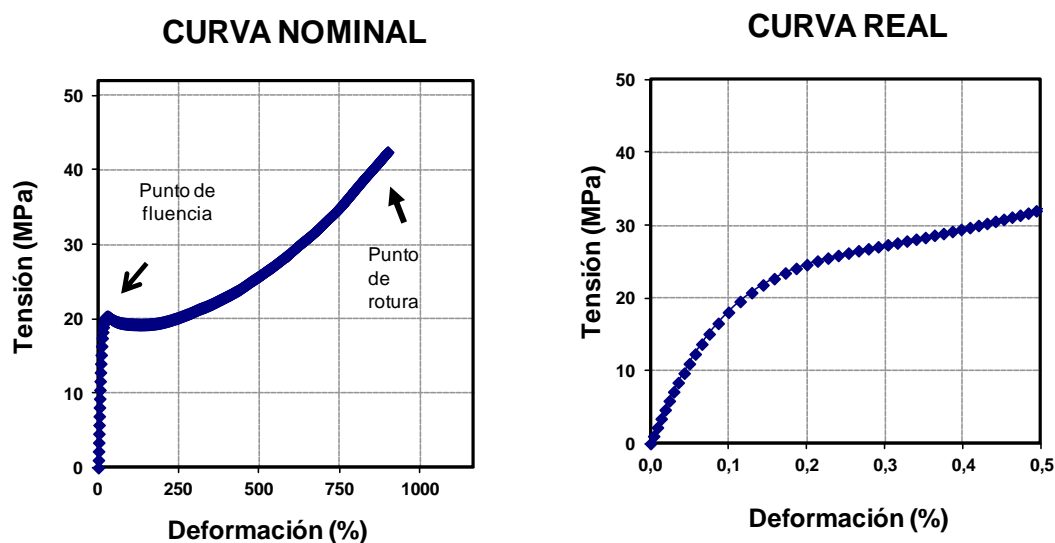


Figura 11. Curvas nominales y reales.

La información proporcionada por este ensayo es muy amplia, pero son de especial importancia, los siguientes parámetros: módulo elástico ( $E$ ), límite elástico ( $\sigma_y$ ), tensión de rotura ( $\sigma_{uts}$ ) y por último, el alargamiento a la rotura en tanto por ciento ( $A$ ).

#### 4.4. RESULTADOS DEL ENSAYO

Mediante el ensayo de tracción se han obtenido los parámetros característicos del material, los cuales se presentan en las siguientes tablas para cada una de las probetas ensayadas, además de la media ( $\mu$ ) y la desviación estadística ( $\sigma_e$ ).

GF	M1	M2	M3	$\mu \pm \sigma$
$E$ (GPa)	0,23	0,21	0,23	$0,22 \pm 0,01$
$\sigma_y$ (MPa)	20,6	19,8	20,6	$20,3 \pm 0,4$
$\sigma_{uts}$ (MPa)	43,2	34,6	37,3	$38,3 \pm 4,4$
$A$ (%)	877	704	767	$783 \pm 87$

Tabla 3.1. Parámetros mecánicos obtenidos de la curva de tracción uniaxial de GF.

<b>GF IF</b>	<b>M1</b>	<b>M2</b>	<b>M3</b>	<b><math>\mu \pm \sigma</math></b>
E (GPa)	0,28	0,22	0,28	$0,22 \pm 0,01$
$\sigma_y$ (MPa)	22,0	21,7	21,8	$20,3 \pm 0,4$
$\sigma_{uts}$ (MPa)	42,3	34,5	46,0	$38,3 \pm 4,4$
A (%)	659	530	716	$783 \pm 87$

Tabla 3.2. Parámetros mecánicos obtenidos de la curva de tracción uniaxial de GF irradiado a 90 kGy.

<b>GF + 0,5% HEXCEL</b>	<b>M1</b>	<b>M2</b>	<b>M3</b>	<b><math>\mu \pm \sigma</math></b>
E (GPa)	0,23	0,26	0,24	$0,24 \pm 0,02$
$\sigma_y$ (MPa)	20,3	20,0	20,2	$20,2 \pm 0,2$
$\sigma_{uts}$ (MPa)	42,4	47,9	39,4	$43,3 \pm 4,3$
A (%)	899	994	833	$908 \pm 81$

Tabla 3.3. Parámetros mecánicos obtenidos de la curva de tracción uniaxial de GF  
con un 0,5 % de fibras de carbono.

<b>GF + 0,5% HEXCEL IF</b>	<b>M1</b>	<b>M2</b>	<b>M3</b>	<b><math>\mu \pm \sigma</math></b>
E (GPa)	0,28	0,22	0,28	$0,26 \pm 0,03$
$\sigma_y$ (MPa)	22,0	21,7	21,8	$21,9 \pm 0,1$
$\sigma_{uts}$ (MPa)	42,3	34,5	46,1	$40,9 \pm 5,9$
A (%)	659	530	716	$635 \pm 95$

Tabla 3.4. Parámetros mecánicos obtenidos de la curva de tracción uniaxial de GF  
con un 0,5 % de fibras de carbono irradiado a 90 kGy.

<b>GF + 1% HEXCEL</b>	<b>M1</b>	<b>M2</b>	<b>M3</b>	<b><math>\mu \pm \sigma</math></b>
E (GPa)	0,27	0,21	0,20	$0,23 \pm 0,04$
$\sigma_y$ (MPa)	20,4	20,1	20,6	$20,4 \pm 0,3$
$\sigma_{uts}$ (MPa)	42,8	41,7	35,4	$40,0 \pm 4,0$
A (%)	873	848	724	$815 \pm 80$

*Tabla 3.5. Parámetros mecánicos obtenidos de la curva de tracción uniaxial de GF con un 1 % de fibras de carbono.*

<b>GF + 1% HEXCEL IF</b>	<b>M1</b>	<b>M2</b>	<b>M3</b>	<b><math>\mu \pm \sigma</math></b>
E (GPa)	0,31	0,31	0,32	$0,31 \pm 0,01$
$\sigma_y$ (MPa)	22,1	22,3	22,6	$22,3 \pm 0,3$
$\sigma_{uts}$ (MPa)	32,5	33,2	35,8	$33,8 \pm 1,8$
A (%)	471	493	528	$497 \pm 29$

*Tabla 3.6. Parámetros mecánicos obtenidos de la curva de tracción uniaxial de GF con un 1 % de fibras de carbono irradiado a 90 kGy.*

<b>GF + 3% HEXCEL</b>	<b>M1</b>	<b>M2</b>	<b>M3</b>	<b><math>\mu \pm \sigma</math></b>
E (GPa)	0,26	0,25	0,29	$0,27 \pm 0,02$
$\sigma_y$ (MPa)	19,8	20,4	20,3	$20,2 \pm 0,3$
$\sigma_{uts}$ (MPa)	34,6	37,3	38,0	$36,6 \pm 1,8$
A (%)	727	763	778	$756 \pm 26$

*Tabla 3.7. Parámetros mecánicos obtenidos de la curva de tracción uniaxial de GF con un 3 % de fibras de carbono.*

GF + 3% HEXCEL IF	M1	M2	M3	$\mu \pm \sigma$
E (GPa)	0,32	0,30	0,33	$0,32 \pm 0,01$
$\sigma_y$ (MPa)	22,1	22,0	22,5	$22,2 \pm 0,3$
$\sigma_{uts}$ (MPa)	32,7	32,0	29,2	$31,3 \pm 1,8$
A (%)	487	471	415	$458 \pm 37$

Tabla 3.8. Parámetros mecánicos obtenidos de la curva de tracción uniaxial de GF con un 3 % de fibras de carbono irradiado a 90 kGy.

A continuación se muestran las gráficas de las curvas nominales y reales de tensión-deformación de los diferentes materiales vírgenes e irradiados.

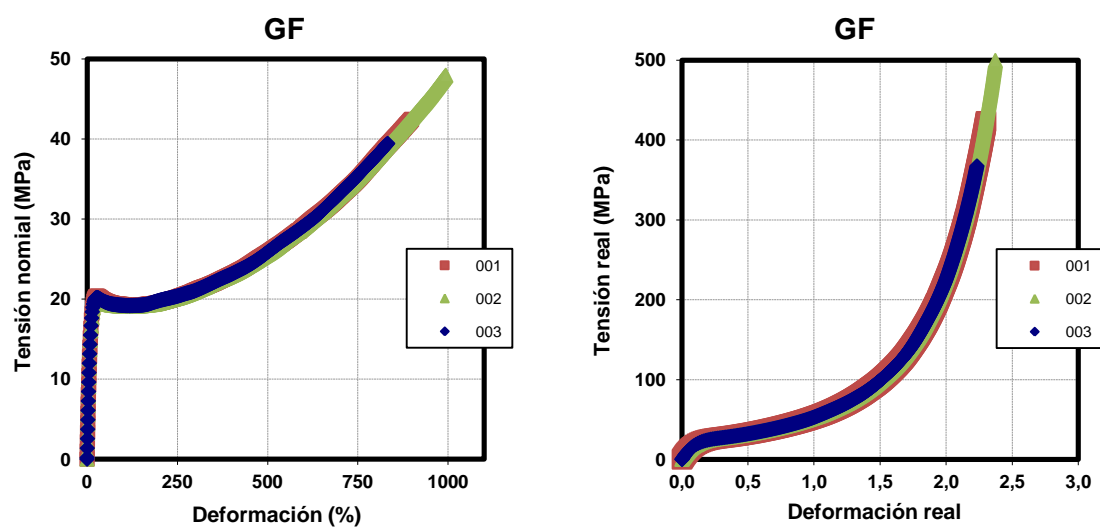


Figura 12.1. Gráficos de tracción uniaxial de GF.

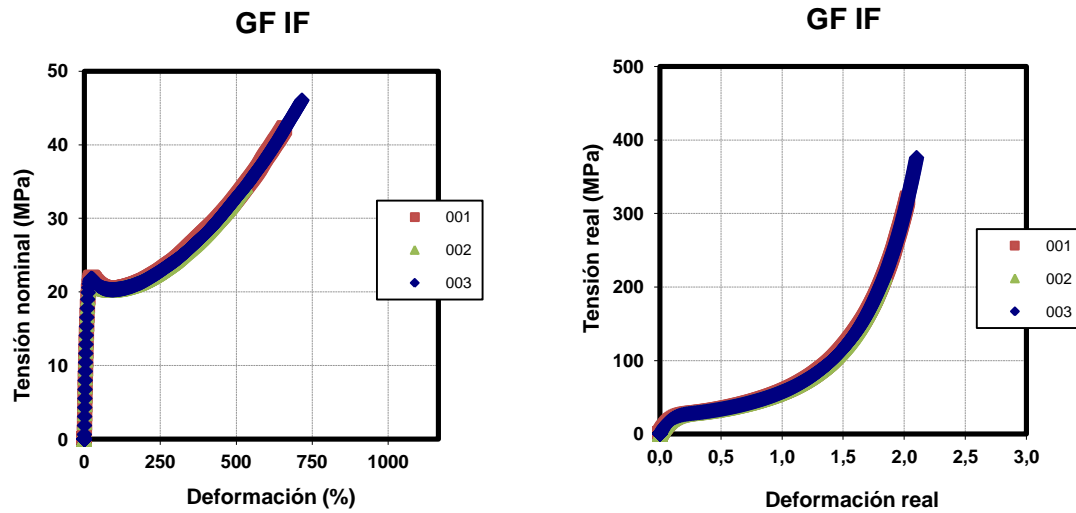


Figura 12.2. Gráficos de tracción uniaxial de GF irradiado a 90 kGy.

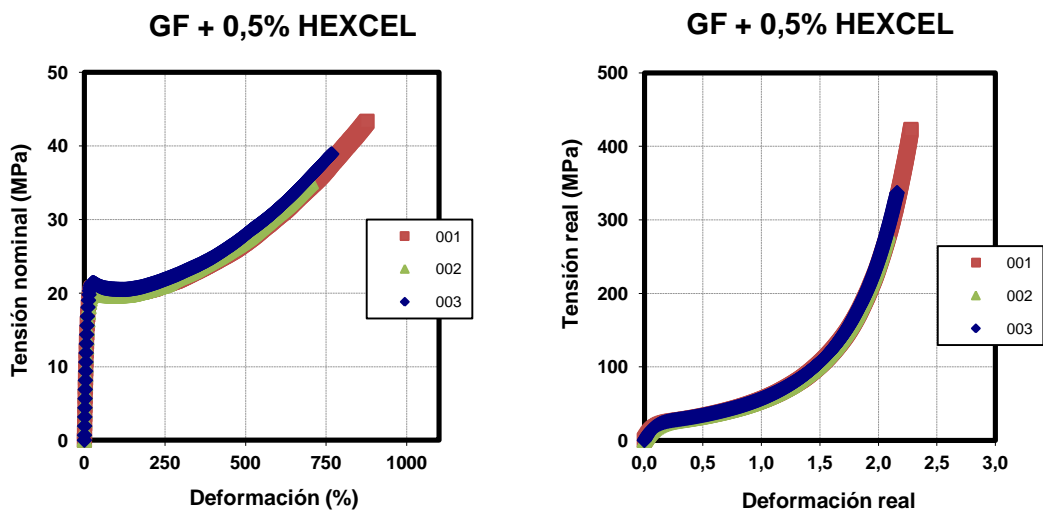


Figura 12.3. Gráficos de tracción uniaxial de GF + 0,5% HEXCEL.



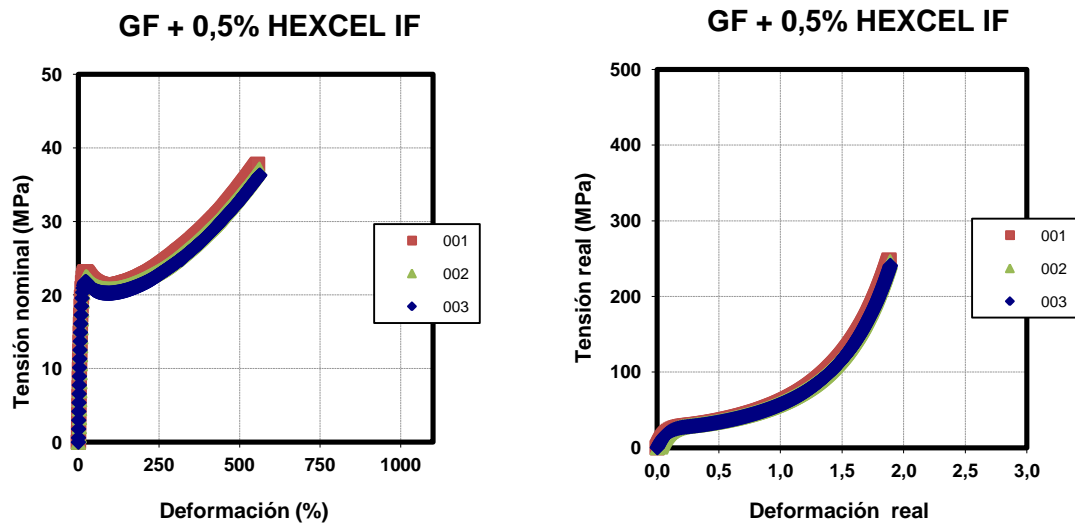


Figura 12.4. Gráficos de tracción uniaxial de GF + 0,5% HEXCEL irradiado a 90 kGy.

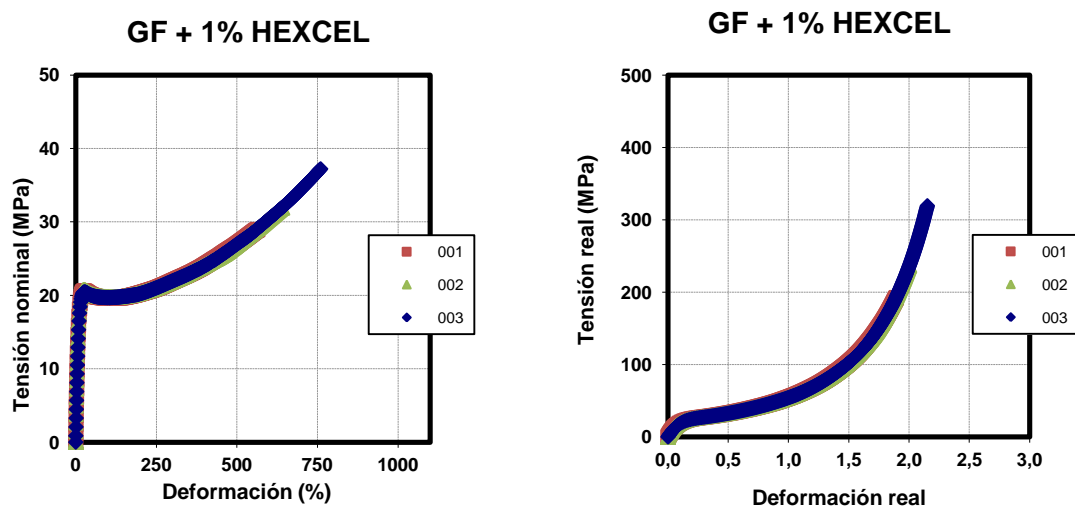


Figura 12.5. Gráficos de tracción uniaxial de GF + 1% HEXCEL.

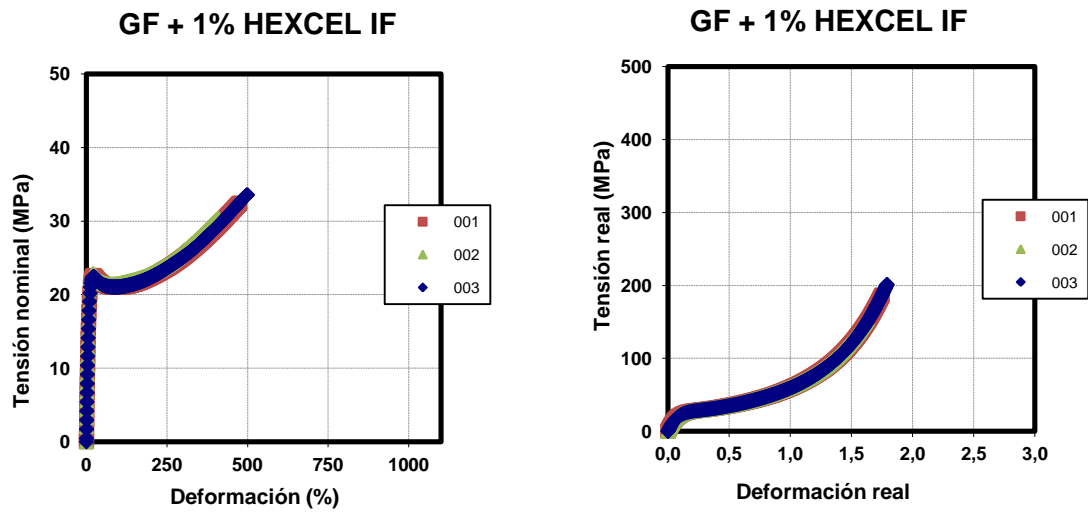


Figura 12.6. Gráficos de tracción uniaxial de GF + 1% HEXCEL irradiado a 90 kGy.

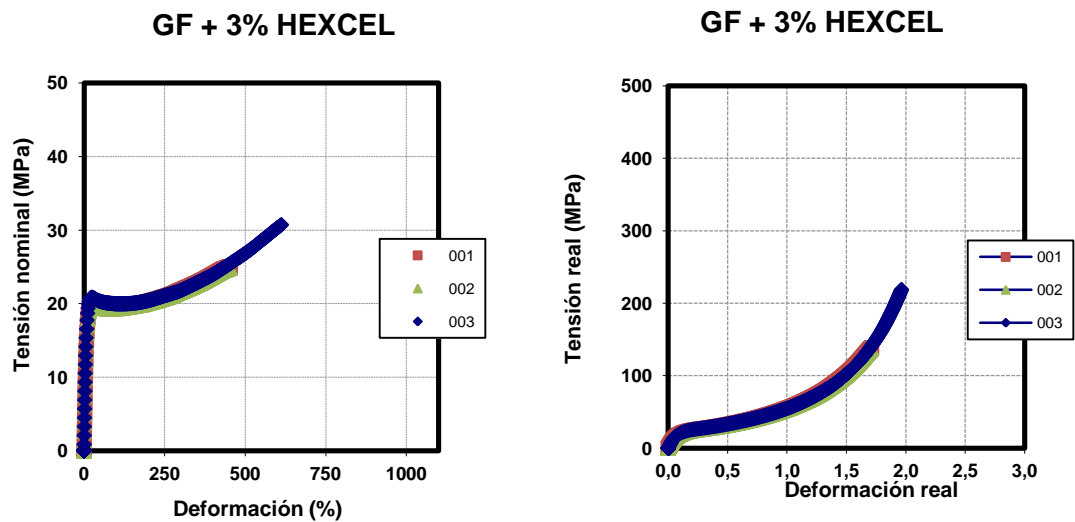


Figura 12.7. Gráficos de tracción uniaxial de GF + 3% HEXCEL.

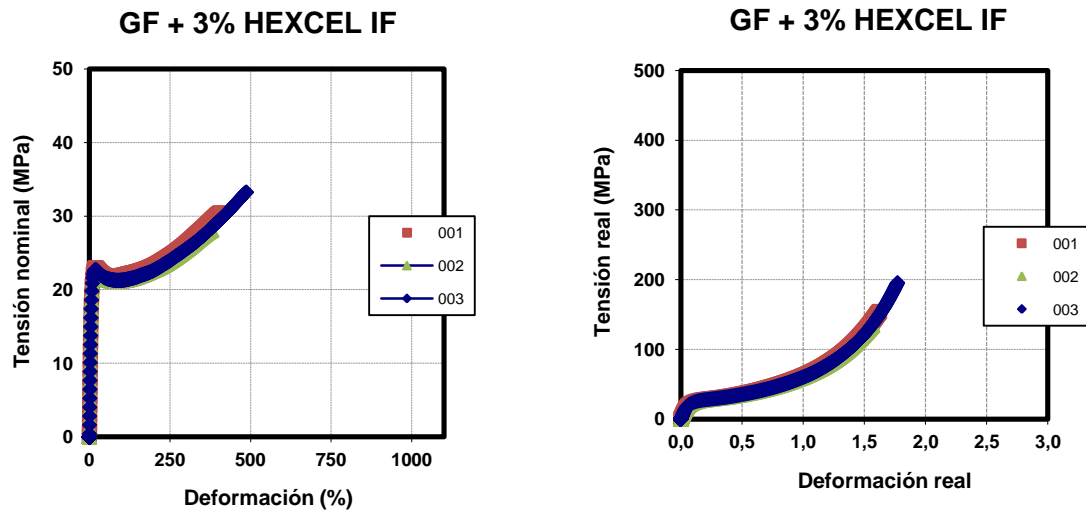


Figura 12.8. Gráficos de tracción uniaxial de GF + 3% HEXCEL irradiado a 90 kGy.

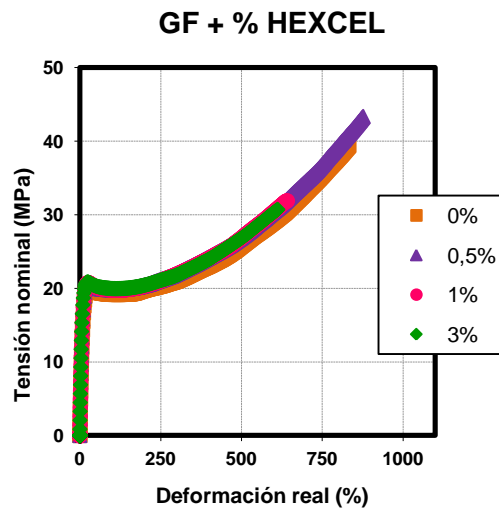


Figura 13.1. Gráficos de las curvas de tracción nominal uniaxial de GF  
con fibras de carbono.

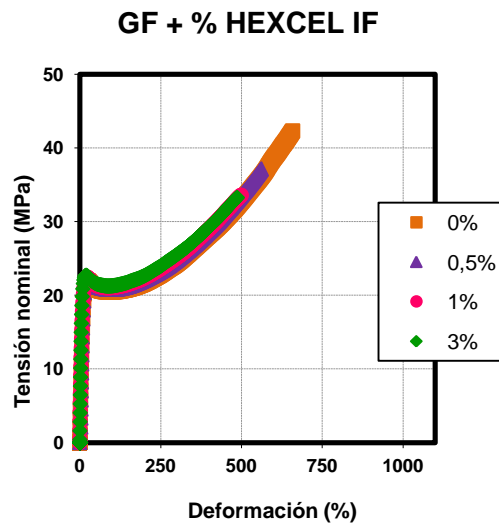


Figura 13.2. Gráficos de las curvas de tracción nominal uniaxial de UHMWPE  
con fibras de Carbono irradiado.

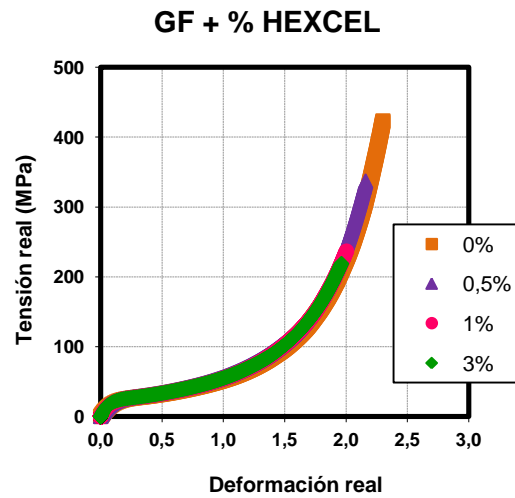


Figura 13.3. Gráficos de las curvas de tracción real uniaxial de UHMWPE  
con fibras de Carbono vírgenes.

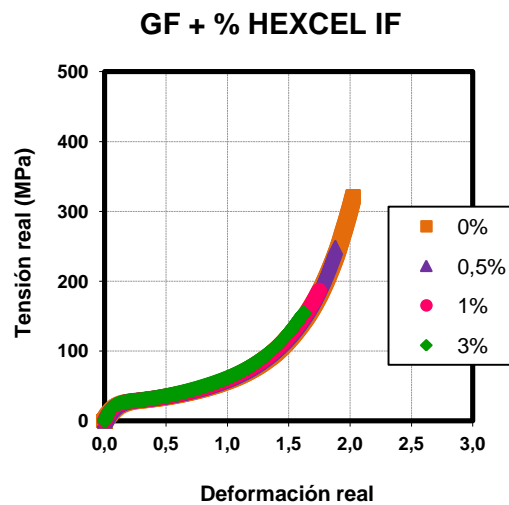


Figura 13.4. Gráficos de las curvas de tracción real uniaxial de UHMWPE con fibras de Carbono irradiados.

#### 4.5. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

Como se ha podido ver en la introducción, uno de los fallos principales del Poly II debido a su mala conformación fue la adhesión matriz – fibra, por lo que se estudiará el método de mezcla y consolidación del material.

Este estudio se ha llevado a cabo a través de la Microscopia Electrónica de Barrido de Emisión de Campo (FESEM), una técnica usada para la obtención de imágenes superficiales con alta resolución a través de la cual se puede observar con detalle las características fractográficas de los especímenes mecánicos tras su rotura.

En todos los casos, las probetas fueron recubiertas con oro mediante un equipo Balzers SCD-4. Las muestras se observaron por medio del microscopio CARL ZEISS GEMINI, modelo Merlín del Servicio de Microscopía de la universidad.

Después de ver los resultados y como se puede apreciar en las siguientes imágenes existe una buena adhesión matriz – fibra; por lo que se dan por buenos los métodos de mezcla y de consolidación del material. Las fractografías han sido tomadas después de someter la muestra a un ensayo de tracción.

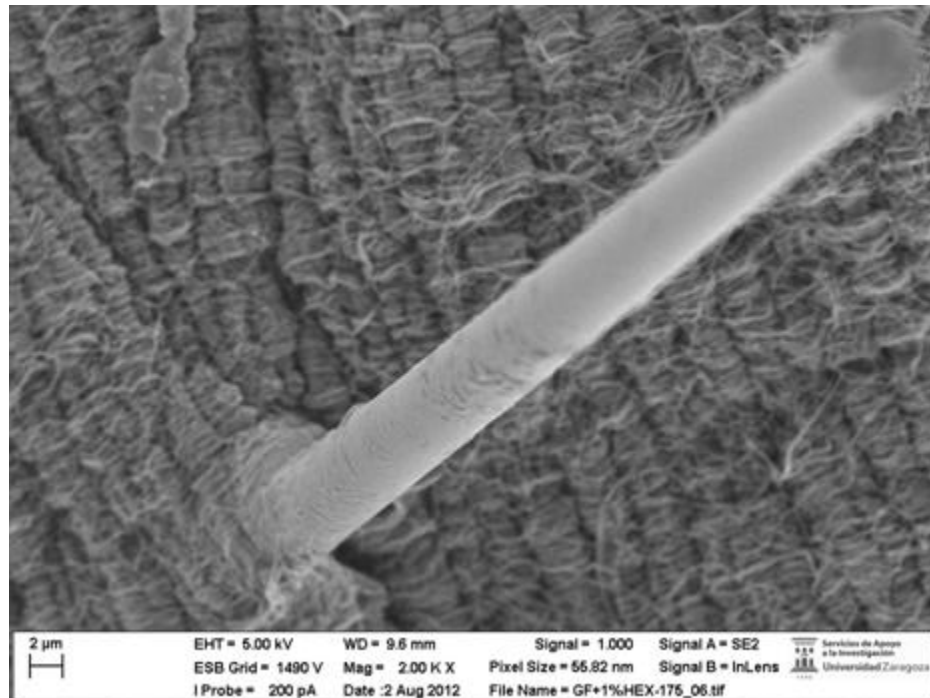


Figura 14. Muestra adherencia matriz-fibra al 1% de refuerzo.

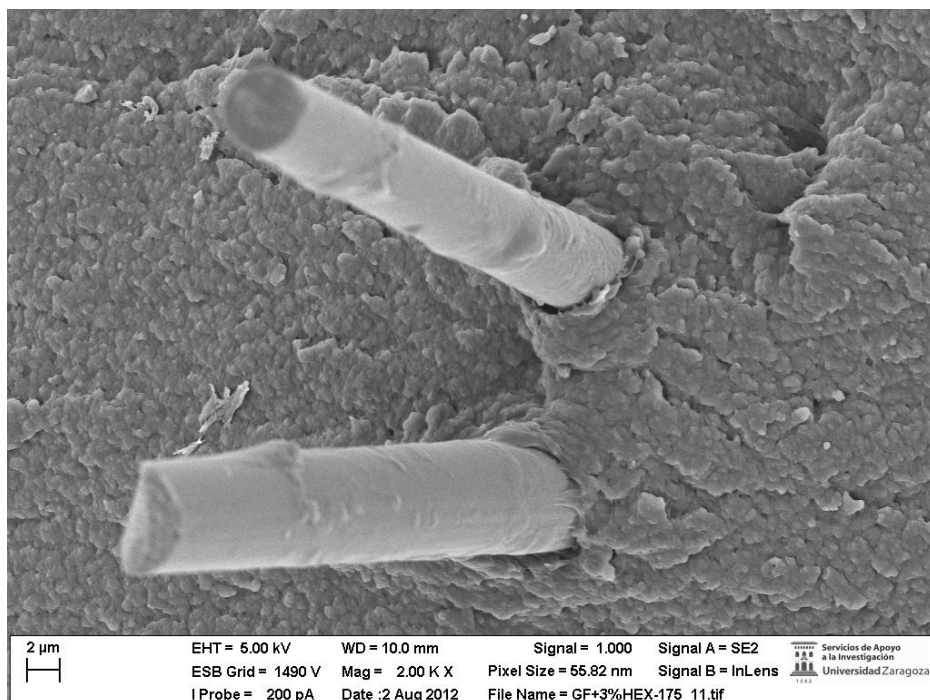


Figura 15. Muestra adherencia matriz-fibra al 3% de refuerzo.

## **5. ENSAYOS COMPRESIÓN UNIAXIAL**

### **5.1. INTRODUCCIÓN Y DESCRIPCIÓN DEL ENSAYO**

Los ensayos de compresión tienen mucha similitud con los ensayos de tracción en la forma de cómo se conduce el ensayo y en el análisis e interpretación de los datos. Como los ensayos de tracción se discutieron con suficientes detalles, en este ensayo nos centraremos en aquellas partes en donde los dos ensayos difieren.

El resultado de este tipo de ensayos está influido por los detalles de las condiciones de los extremos. Cuando el espécimen se comprime, el diámetro aumenta debido al efecto de Poisson y se reduce su volumen por la fricción originada en los extremos dando lugar a una deformación en forma de barril. Aunque este defecto se puede minimizar aplicando una lubricación adecuada en los extremos es muy difícil evitarlo completamente.

Las porciones iniciales de las curvas de esfuerzo-deformación en compresión tienen la misma naturaleza general que en tensión. Por lo tanto, se pueden definir varias propiedades de los materiales de la porción inicial de la misma manera que se hizo en tensión tales como el módulo elástico. Sin embargo, ocurren efectos opuestos entre ambos ensayos, en el sentido de que el aumento de la sección recta del área causa que la curva de esfuerzo-deformación aumente o se eleve rápidamente en vez de mostrar un máximo. Como resultado de lo anterior, no existe una carga máxima en compresión antes de la fractura y la resistencia última de ingeniería es la misma que la resistencia a la fractura de ingeniería. Los materiales dúctiles y los polímeros nunca se fracturan; se deforman hasta que la carga solicitada en la deformación se hace tan grande que el ensayo se debe suspender; dando como resultado una forma de torta de diámetro grande y espesor delgado.

A continuación se describen los pasos seguidos para realizar el ensayo:

- Medición y lubricación de la probeta:

Antes de colocar la probeta en la máquina universal, se mide con el calibrador sus dimensiones iniciales (longitud y diámetro). A continuación, se lubrican con jabón comercial ambas caras de la probeta para así reducir la fricción entre la base superior e inferior de la máquina y la probeta.

- Colocación de la probeta:

Enseguida se coloca la probeta en la máquina, se debe prestar atención en lograr la alineación adecuada entre la probeta y los platos de apoyo de la máquina.

A continuación se baja el cabezal fijo de la máquina hasta tocar ligeramente la probeta con los platos, y se procede a aplicar la carga con una velocidad conveniente al material.

- Preparación de la máquina y ensayo:

Mediante un programa informático se seleccionan los parámetros del experimento, y se procede a la ejecución del ensayo y a la adquisición y representación de los datos.

- Cálculos:

A partir de las dimensiones de la probeta y de los datos de la curva de carga – desplazamiento se consigue la curva de fluencia de donde se obtienen las tensiones reales máximas, las deformaciones reales máximas y las áreas bajo la curva para los ciclos 1 y 50.



Figura 16. Equipo utilizado para el ensayo de compresión.

## **5.2. REALIZACIÓN DEL ENSAYO**

Para los ensayos de compresión se han obtenido probetas cilíndricas mediante un sacabocados de 9 mm de diámetro y una prensa hidráulica. El tipo de probeta utilizada en cuanto a la relación L/D es de 0,44. La dimensiones de estas probetas se ajustan a la norma estándar de ensayos de compresión al poseer una relación L/D menor o igual a 0,5. Previamente a ser ensayadas, las probetas han sido refinadas con una lija P800. Los ensayos de compresión se han llevado a cabo usando una máquina universal de ensayos Instron 5565.



La temperatura de ensayo y el ritmo de deformación fueron de  $24 \pm 1$  °C y 5 mm/min respectivamente. Siempre se ensayaron tres probetas por material.

Estos ensayos pueden permitirnos ver cómo reacciona el material ante los esfuerzos compresivos de carga y descarga. Se han realizado para cada probeta 50 ciclos de carga (hasta 3800N) y descarga. Confeccionando la gráfica tensión-deformación también podemos analizar el valor del área comprendida entre las curvas de carga y descarga, que nos dará una idea sobre la tenacidad del material.

Tras la realización del ensayo y la adquisición de datos se representaron la curva nominal y la curva real, exactamente igual a como se hizo con los ensayos de tracción y en base a las mismas ecuaciones. El aspecto de dichas curvas de carga y descarga es el siguiente:

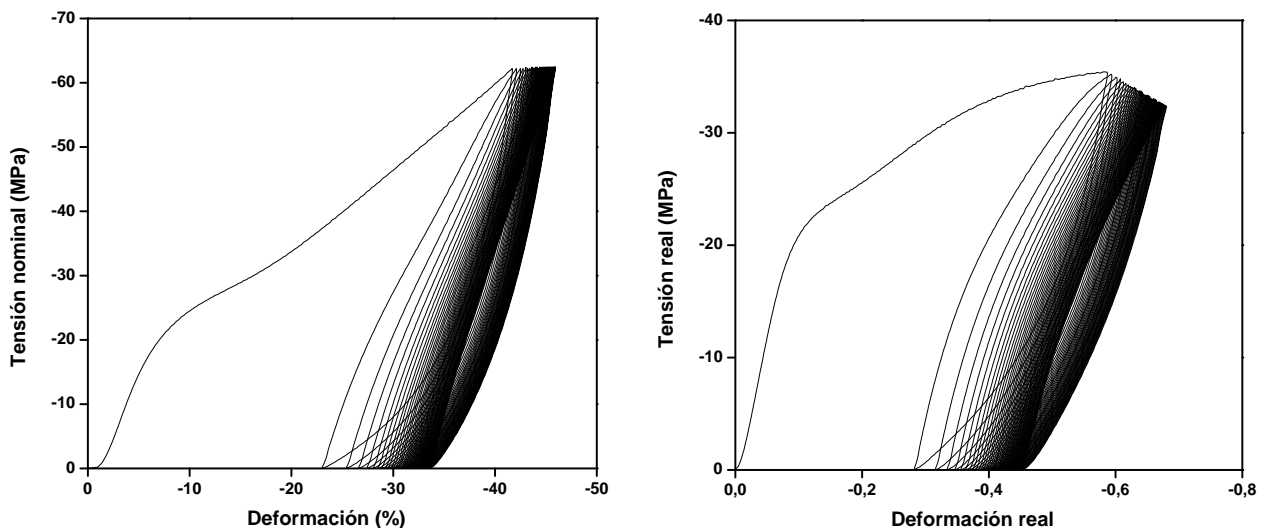


Figura 17. Curvas tensión- deformación, nominal y real, obtenidas de ensayos de compresión.

### 5.3. RESULTADO DE LOS ENSAYOS

El análisis de los datos de compresión se va a realizar de modo similar al presentado en la sección sobre los ensayos de tracción uniaxial. Todas las gráficas sacadas al realizar este ensayo son curvas tensión-deformación reales, es decir, tienen en cuenta la variación de área en la zona de aplicación de esfuerzo y se han obtenido aplicando las ecuaciones que aparecen en el ensayo de tracción (Eq. 1, 2, 3 y 4).

En primer lugar, se compararon las propiedades a compresión uniaxial del polietileno GoodFellow reforzado con fibras de carbono Hexcel a diferentes porcentajes y consolidados a una determinada temperatura.

<b>GF + % HEXCEL</b>	<b>Tensión real máxima (MPa)</b>	<b>Def. real máxima (MPa)</b>	<b>Area bajo ciclo 1 (u.a.)</b>	<b>Area bajo ciclo 50 (u.a.)</b>
0	35,9	0,65	1150	154
0,5	36,6	0,60	1155	150
1	34,9	0,62	1108	150
3	34,9	0,62	1071	167

*Tabla 4.1. Parámetros mecánicos obtenidos de las curvas reales de compresión uniaxial de UHMWPE y fibras de Carbono vírgenes*

<b>GF + % HEXCEL IF</b>	<b>Tensión real máxima (MPa)</b>	<b>Def. real máxima (MPa)</b>	<b>Area bajo ciclo 1 (MPa)</b>	<b>Area bajo ciclo 50 (MPa)</b>
0	36,1	0,59	1100	123
0,5	38,1	0,52	1120	136
1	37,2	0,58	1096	136
3	36,5	0,57	1030	166

*Tabla 4.2. Parámetros mecánicos obtenidos de las curvas reales de compresión uniaxial de UHMWPE y fibras de carbono irradiados.*

La recuperación elástica del material es otro de los aspectos interesantes que nos aporta este ensayo. Se muestra a continuación las medidas en mm de las probetas, antes y después del ensayo.

		<b>Inicial</b>	<b>0 min</b>	<b>1 día</b>	<b>1 semana</b>
GF	e	4,08	2,91	3,18	3,22
	Ø	8,83	10,57	10,08	9,89
GF IF	e	4,02	2,98	3,21	3,24
	Ø	8,87	10,32	9,95	9,83
GF + 0,5% HEXCEL	e	4,00	2,94	3,16	3,20
	Ø	8,79	10,32	10,09	10,02

GF + 0,5% HEXCEL IF	e	4,14	3,04	3,31	3,40
	Ø	8,94	10,46	9,74	9,88
GF + 1% HEXCEL	e	4,37	3,12	3,46	3,50
	Ø	9,01	10,66	10,06	9,94
GF + 1% HEXCEL IF	e	3,96	2,98	3,24	3,25
	Ø	8,88	10,23	9,91	9,86
GF + 3% HEXCEL	e	4,17	3,15	3,34	3,41
	Ø	8,97	10,07	9,91	9,78
GF + 3% HEXCEL IF	e	4,17	3,16	3,46	3,47
	Ø	9,00	10,21	9,77	9,69

Tabla 5. Medidas de espesores y diámetros de probetas de compresión de UHMWPE y fibras de carbono a diferentes porcentajes, antes y después del ensayo.

## 6. ENSAYO DE DUREZA SHORE

### 6.1. INTRODUCCIÓN Y DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

Los ensayos realizados mediante un durómetro Shore determinan con qué facilidad penetra un cuerpo duro dentro de un material. Cuanto mayor es la dureza del material a ensayar, menor es la profundidad de penetración y mayor la carga aplicada. Para la medición de la dureza Shore se utilizan varias escalas: Shore A, B, C, D, 0 y 00. Las escalas más importantes son la Shore A, usada para medir la dureza de un elastómero de rango de dureza flexible y la Shore D, usada para la medición de elastómeros más duros.

La escala usada en este tipo de ensayo es Shore D. La fuerza aplicada en el penetrador, expresada en milinewtons es:

$$F = 445 \times H_d \quad (\text{Eq. 5})$$

donde  $H_d$  es la dureza leída tomada por el durómetro tipo D.

Los durómetros están constituidos por los siguientes componentes:

- Pie de presión: formado por un diámetro de  $18 \pm 0,5$  mm y un orificio central de diámetro  $3 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ . Las tolerancias únicamente se aplican a instrumentos empleados sobre un soporte.

- Penetrador: debe de estar formado por una barra de acero endurecido de  $1,25 \pm 0,15$  mm de diámetro con la forma y dimensión.
- Dispositivo indicador: dispositivo empleado para poder medir el grado de penetración de la punta del penetrador más allá de la cara del pie de presión. Se debe calibrar en términos de unidades que van desde 0 para la penetración máxima de  $2,5 \pm 0,02$  mm hasta 100 para penetración cero obtenida poniendo el pie de presión y el penetrador en contacto firme con una superficie dura plana apropiada.
- Muelle calibrado: encargado de aplicar la fuerza al penetrador.



*Figura 18. Durómetro Shore usado en los ensayos.*

El procedimiento empleado en la realización del ensayo es:

- Se coloca la probeta en una superficie plana, dura y rígida. Se aplica una fuerza suficiente del pie de presión a la probeta o viceversa, lo más rápidamente posible pero sin choque, manteniendo paralelismo del pie de presión a la superficie de la probeta y asegurando que el penetrador esta perpendicular a la superficie a la superficie del elastómero.
- Se toman la lecturas en el momento especificado después de que el pie de presión este en contacto firme con la probeta.
- Se realizan las mediciones de dureza necesarias a diferentes posiciones sobre la probeta separadas la distancia requerida y se determina la mediana.

## 6.2. REALIZACIÓN DEL ENSAYO

Los ensayos han sido realizados según las directrices marcadas por la norma ISO 7619. Para realizar el ensayo, se han superpuesto dos probetas planas y paralelas de 4 mm de espesor cada una, destinadas para el ensayo a tracción. La penetración en el material ha sido medida a los 3 y a los 15 segundos. La temperatura adecuada para realizar el ensayo es  $24 \pm 1$  °C. Se realizan cinco mediciones en diferentes posiciones sobre la probeta, separadas al menos 6 mm, y se determina la mediana.

Cuando sea factible, las probetas deben acondicionarse inmediatamente antes del ensayo durante un periodo mínimo de 1 hora a la temperatura normal de laboratorio.

## 6.3. RESULTADOS DEL ENSAYO

A continuación, se muestran los resultados del ensayo Shore D para los diferentes materiales vírgenes e irradiados medidos a los 3 segundos.

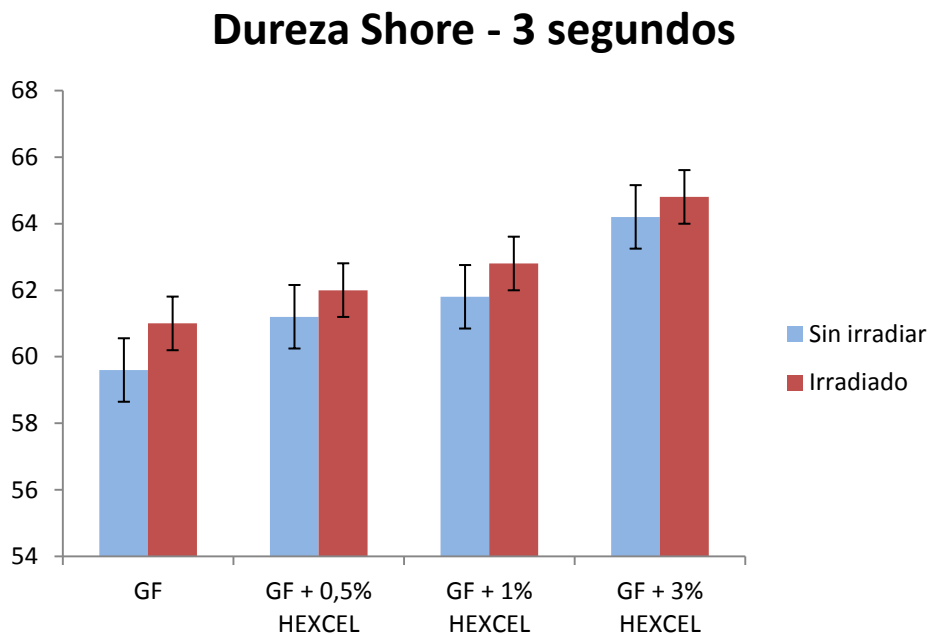


Figura 19. Grafico con los datos obtenidos en el ensayo de dureza Shore a los 3 segundos.

Tabla de resultados de mediciones realizadas a los 3 segundos.

Material	Fibras Hexcel (%)	Dosis (kGY)	M1	M2	M3	M4	M5	$\mu \pm \sigma$
GF	-	-	60	60	60	59	59	$59,6 \pm 0,5$
GF	-	90	61	60	62	61	61	$61,0 \pm 0,7$
GF	0,5	-	60	61	61	62	62	$61,2 \pm 0,8$
GF	0,5	90	62	62	62	62	62	$62,0 \pm 0,0$
GF	1	-	61	61	62	63	61	$61,8 \pm 0,8$
GF	1	90	60	64	64	63	63	$62,8 \pm 1,6$
GF	3	-	63	65	65	64	64	$64,2 \pm 0,8$
GF	3	90	64	65	65	65	65	$64,8 \pm 0,4$

Tabla 6. Datos obtenidos en el ensayo de dureza Shore (3 seg).

A continuación, se muestran los resultados del ensayo Shore D para los diferentes materiales vírgenes e irradiados medidos a los 15 segundos.

### Dureza Shore - 15 segundos

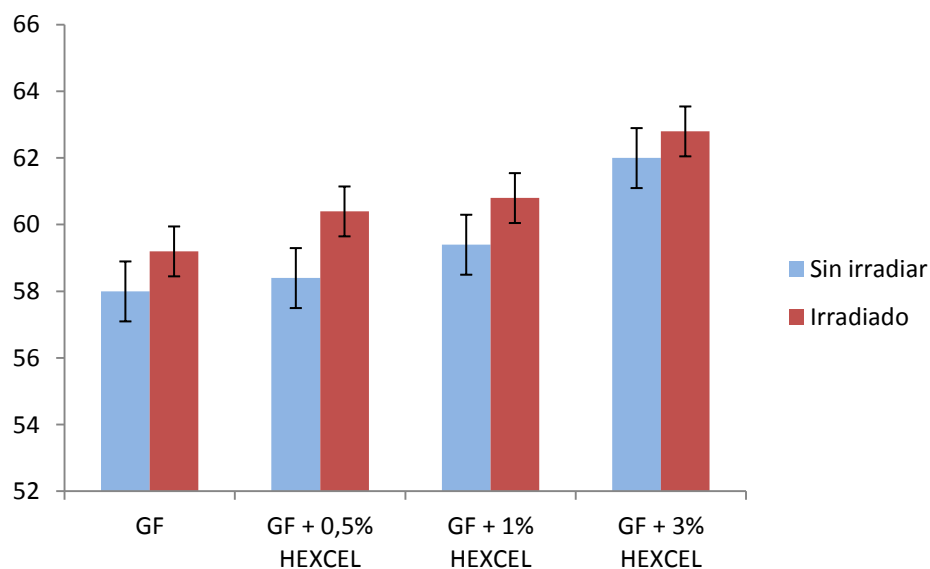


Figura 20. Grafico con los datos obtenidos en el ensayo de dureza Shore a los 15 segundos.

Tabla de resultados de mediciones realizadas a los 15 segundos.

Material	Fibras Hexcel (%)	Dosis (kGY)	M1	M2	M3	M4	M5	$\mu \pm \sigma$
GF	-	-	58	58	58	60	59	$58,6 \pm 0,9$
GF	-	90	59	58	60	59	60	$59,2 \pm 0,8$
GF	0,5	-	58	58	58	59	59	$58,4 \pm 0,5$
GF	0,5	90	60	61	60	60	61	$60,4 \pm 0,5$
GF	1	-	59	59	59	60	59	$59,4 \pm 0,5$
GF	1	90	61	62	62	60	61	$61,0 \pm 1,0$
GF	3	-	61	63	63	62	61	$62,0 \pm 1,0$
GF	3	90	62	63	63	63	63	$62,8 \pm 0,4$

Tabla 7. Datos obtenidos en el ensayo de dureza Shore (15 seg).

## **7. ENSAYO DE INDENTACIÓN DE ESFERA**

### **7.1. INTRODUCCIÓN A LA INDENTACIÓN**

Los ensayos de indentación, llamados también de dureza, son aquellos que evalúan la resistencia del material a ser indentado por otro.

Este tipo de ensayo se determina por una serie de características:

- Es de tipo no destructivo.
- Permite determinar las propiedades mecánicas de volúmenes pequeños de material.

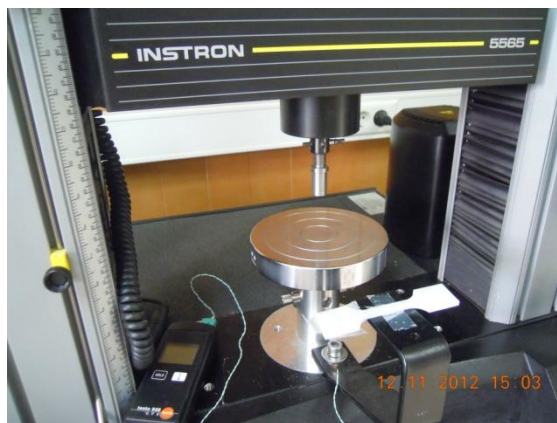
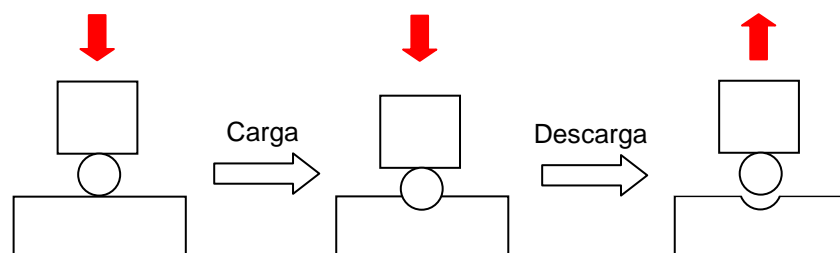


Figura 21. Utilajes empleados en el ensayo de indentación.

En estos ensayos, las tensiones de contacto son inicialmente pequeñas y producen solo deformación elástica. Conforme el indentador penetra en el material, ocurre una transición desde la deformación elástica a la plástica. Este hecho teóricamente puede ser utilizado para analizar la fluencia y el endurecimiento por deformación del material, y para dibujar la curva entera uniaxial de tensión-deformación.

Los pasos seguidos para la realización de este ensayo son:

- Colocación de la probeta.
  - En primer lugar en uno de los extremos de la máquina se coloca la probeta sobre el soporte del ensayo a compresión; en el otro extremo se instala el indentador.
- Mediante un programa informático específico para la máquina, se seleccionan los parámetros del experimento, tales como la velocidad, número de ciclos, carga máxima, etc. y a través del cual se obtendrán los datos capturados.
- Ensayo
  - El ensayo se compone de una parte de carga y una de descarga. La descarga se realiza cuando el desplazamiento del indentador llega a una profundidad de penetración predeterminada, siempre inferior a la altura del indentador.
  - Se procede a ejecutar el ensayo, a la adquisición y representación de los datos. El ensayo se acaba cuando el desplazamiento llega a cero en el periodo de descarga. Los datos obtenidos se guardan en un archivo propio del programa que permite ser exportado para ser tratados posteriormente con cualquier hoja de cálculo. Los parámetros de partida para realizar el ensayo son posición y carga cero.



*Figura 22. Esquemas de funcionamiento del penetrador.*



- Cálculos
  - Mediante la curva de carga–desplazamiento representada a partir de los datos anteriores, se obtiene los datos requeridos en este tipo de ensayo.

## **7.2. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO**

Estos ensayos han sido realizados mediante la misma máquina usada en los ensayos tensiónales, la máquina universal de ensayos Instron 5565. En ella se coloca un indentador mediante el cual se aplica una carga sobre el material que se quiere analizar; este indentador está formado por una esfera de 2,5 mm de diámetro. La norma aplicada es este ensayo es la ISO 2039.

Las probetas ensayadas de 4 mm de espesor han sido mecanizadas mediante una máquina fresadora a partir de los discos obtenidos mediante el moldeo por compresión. El ensayo se ha realizado a una temperatura constante de  $24 \pm 1$  °C y a una velocidad de deformación de 0,5 mm/min. Se han realizado tres indentaciones de cada material, de cada una de ellas se medirá el diámetro.

Para la validación de los modelos hay que tener cuidado con la superficie y geometría donde se aplica la carga del indentador. Los datos límite del ensayo son: una extensión de -3 mm y una carga de -4500 N, esta carga determina la máxima carga a la que se puede someter la probeta. La indentación realiza un ciclo de 0 a -1,25 mm de extensión, siendo este valor de la mitad de la bola que realiza la indentación.

## **7.3. RESULTADOS DEL ENSAYO**

Mediante el ensayo de indentación se han obtenido los siguientes parámetros característicos.

GF + % HEXCEL	Carga máxima (N)	Atotal (mJ)	Asubida (mJ)	Abajada (mJ)
0	330 ± 11,6	471 ± 74,1	167 ± 22,8	304 ± 51,3
0,5	357 ± 23,0	554 ± 41,2	199 ± 5,0	354 ± 38,8

1	370 ± 11,0	447 ± 38,8	156 ± 9,6	291 ± 29,7
3	414 ± 4,0	643 ± 7,3	230 ± 2,1	414 ± 5,7

Tabla 8.1. Propiedades del ensayo de indentación a diferentes % vírgenes.

GF + % HEXCEL IF	Carga máxima (N)	Atotal (mJ)	Asubida (mJ)	Abajada (mJ)
0	370 ± 10,0	595 ± 15,4	192 ± 4,9	403 ± 10,7
0,5	375 ± 22,7	582 ± 46,8	195 ± 13,8	388 ± 33,7
1	390 ± 2,7	522 ± 111,7	189 ± 38,1	332 ± 74,3
3	425 ± 15,0	655 ± 39,5	224 ± 11,2	431 ± 29,2

Tabla 8.2. Propiedades del ensayo de indentación a diferentes % irradiados.

A continuación, se puede observar la comparación de los diferentes materiales vírgenes e irradiados, a diferentes porcentajes de fibras de carbono.

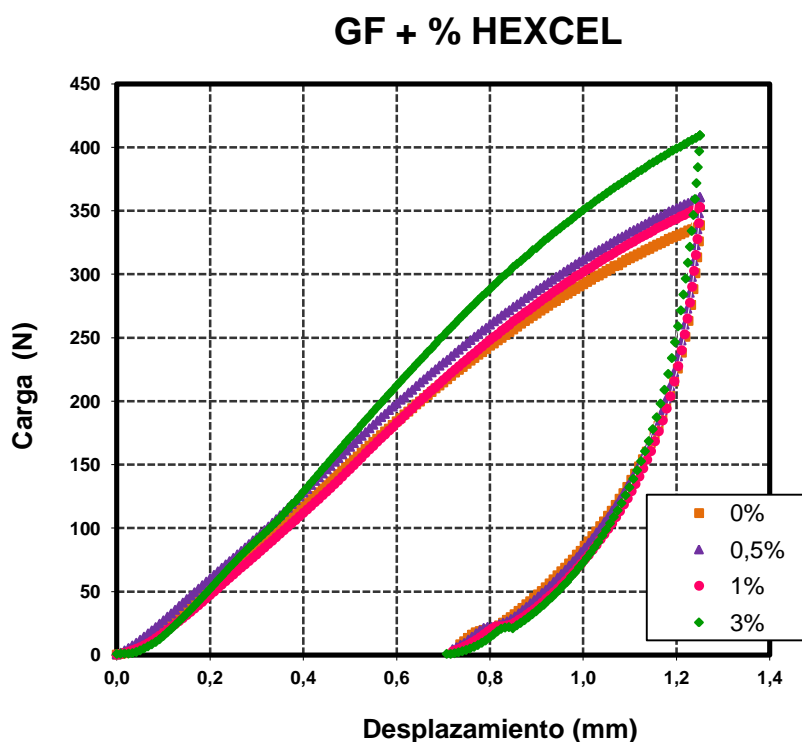


Figura 23.1. Curvas obtenidas en el ensayo de indentación en material sin irradiar.

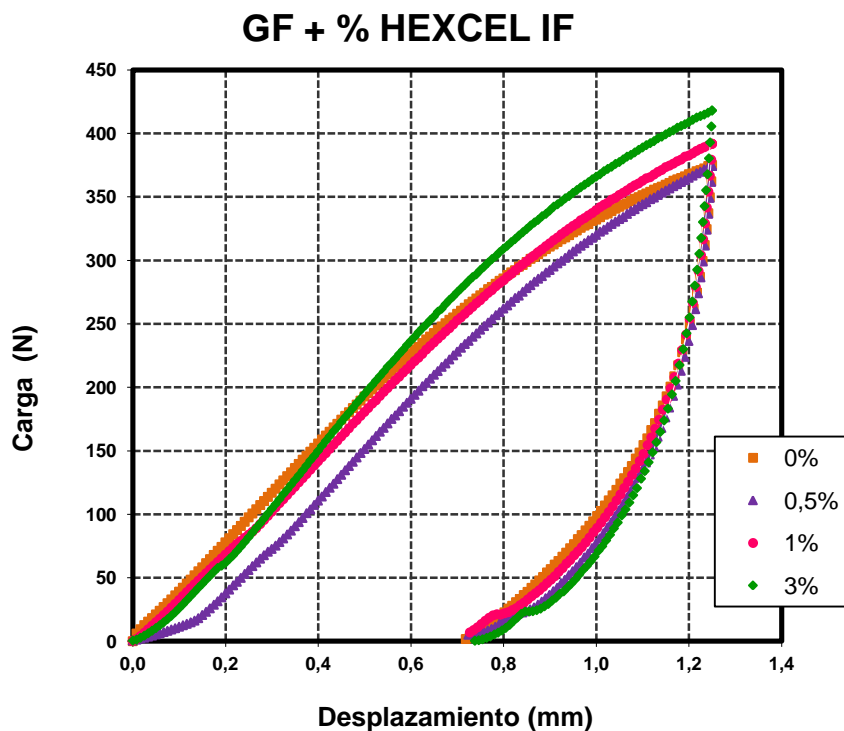


Figura 23.2. Curvas obtenidas en el ensayo de indentación en material irradiado.

A continuación se pueden observar los espesores de los diferentes materiales vírgenes e irradiados antes de su ensayo.

Material	Fibras Hexcel (%)	Dosis (kGY)	M1	M2	M3	$\mu \pm \sigma$
GF	-	-	4,10	4,07	4,14	$4,10 \pm 0,03$
GF	-	90	4,03	4,05	4,00	$4,03 \pm 0,03$
GF	0,5	-	4,08	4,13	4,20	$4,14 \pm 0,06$
GF	0,5	90	4,28	4,28	4,16	$4,24 \pm 0,07$
GF	1	-	4,08	4,04	4,00	$4,04 \pm 0,04$
GF	1	90	4,02	4,06	4,17	$4,08 \pm 0,08$
GF	3	-	3,96	3,97	3,95	$3,96 \pm 0,01$
GF	3	90	4,33	4,37	4,35	$4,35 \pm 0,02$

Tabla 9. Tabla de los diferentes espesores vírgenes e irradiados de los diferentes materiales con fibras de carbono producidos en la indentación de esfera.

## **8. ENSAYO DE “SMALL PUNCH TEST” (SPT)**

### **8.1. INTRODUCCIÓN Y DESCRIPCIÓN**

El ensayo de “small punch” se usa principalmente como herramienta para la estimación de las propiedades mecánicas. En la actualidad está siendo utilizado para determinar las propiedades mecánicas de tracción, la temperatura de transición dúctil-frágil y; el comportamiento a fractura y a fluencia. Además, debido al tamaño pequeño de las probetas que se utilizan constituye un ensayo muy apropiado para caracterizar mecánicamente zonas muy pequeñas que no serían posibles de analizar con otro tipo de ensayos.

Este ensayo consiste básicamente en punzonar una probeta plana de pequeñas dimensiones (6,35 mm de diámetro y 0,5 mm de espesor) deformándola hasta la rotura y, registrar la carga frente al desplazamiento experimentado por el punzón dando como resultado una curva. En la curva es fácil observar distintas regiones que se corresponden con otros comportamientos de la probeta durante el ensayo:

- Etapa I: zona de deformación elástica. El inicio de la curva responde a la suma de dos comportamientos superpuestos; la indentación sufrida en la probeta en su contacto con el punzón de cabeza esférica más el comportamiento elástico como placa de la probeta, que queda enmascarado por el primero.
- Etapa II: zona de transición elastoplástica. El primer cambio en la convexidad de la curva viene necesariamente motivado por el inicio de la plastificación de la probeta, que marca el comienzo de esta segunda zona de plastificación generalizada de la probeta. En esta zona también puede comenzar a tener cierta influencia el coeficiente de rozamiento entre la bola y el material ensayado.
- Etapa III: zona de deformación plástica. Tras el segundo cambio en la convexidad de la curva, las deformaciones plásticas se extienden a lo largo de toda la probeta y tiene lugar un adelgazamiento importante del espesor.
- Etapa IV: zona de inestabilidad plástica y rotura. En las proximidades de la carga máxima,  $P_{max}$ , tiene lugar la inestabilidad plástica, con la formación de grietas que conducirán a la rotura final de la probeta.
- Etapa V: zona de rotura de la probeta. Una vez que las grietas han atravesado la probeta y se ha sobrepasado la carga máxima en el ensayo comienzan los defectos,

provocando el final de la probeta y produciendo el descenso de la carga como se puede observar al final del ensayo.

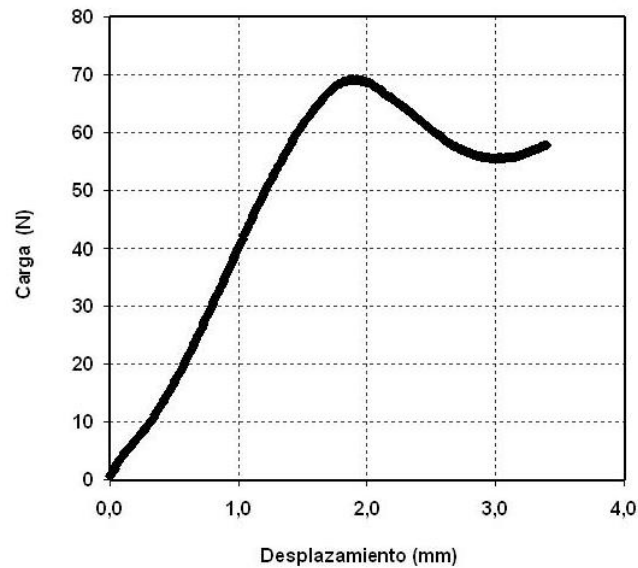


Figura 24. Gráfica de la curva carga- desplazamiento del ensayo de "small punch"..

A continuación, se muestra un gráfico representativo de la fuerza ejercida por el punzón contra la probeta, P, frente al desplazamiento del mismo.

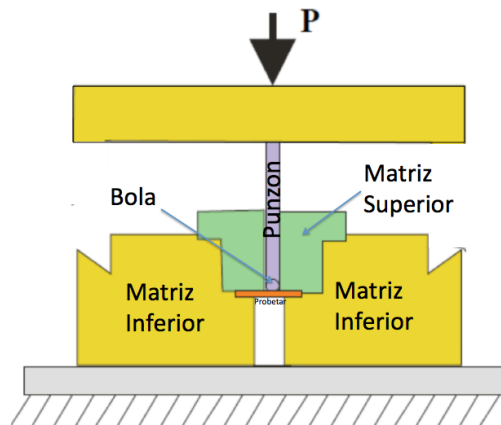


Figura 25. Muestra del ensayo de "small punch".

## **8.2. REALIZACIÓN DEL ENSAYO**

Este tipo de ensayo ha sido realizado nuevamente mediante una máquina universal Instron 5565; siguiendo las directrices marcadas por la norma ASTM D638. La temperatura empleada durante el ensayo ha sido de  $24 \pm 1$  °C.

Las probetas de sección circular de 0,5mm de espesor se han obtenido a través de un sacabocados de 6,35 mm de diámetro a partir de los discos del moldeo por compresión. Para poder ejecutar el ensayo partimos de un molde formado por dos matrices con un sistema de acoplamiento, un punzón y una bola de acero de 2,5mm de diámetro.

### Procedimiento

El ensayo consiste en colocar la probeta entre dos matrices, concretamente en el alojamiento del diámetro de la probeta ubicado en la matriz inferior. Una vez colocada la probeta, se unen las dos matrices con tres tornillos que las atraviesan para luego poder acoplarlos con la máquina Instron y así quedar como un bloque unido y fijo. Para apretar los tornillos se utiliza una llave dinamométrica de 2 Nm; después un punzón de cabeza semiesférica de 0,5 mm empuja la bola y deforma la probeta a ensayar produciéndose el desplazamiento del punto de carga.

En la matriz superior se halla un agujero pasante en el punto central con un diámetro de 2,5mm a través del cual se introduce la bola después se produce el desplazamiento del punto de carga hasta que un punzón de cabeza semiesférica de 0,5 mm empuja la bola y deforma la probeta a ensayar. Debido a la posible oxidación de los utillajes es recomendable realizar un proceso de limpieza con papel después de su uso.



*Figura 26. Imagen de la fuerza ejercida por el punzón.*

Se han ensayado al menos tres probetas por cada material a dos velocidades diferentes, 0,5 y 1 mm/min.

Los parámetros obtenidos en este ensayo son: fuerza pico, fuerza de rotura, extensión de rotura y pendiente inicial.

### 8.3. RESULTADO Y CONCLUSIONES

Se han graficado las curvas del UHMWPE mezclado con los diferentes porcentajes de fibras de carbono, para después comparar los polietilenos irradiados con los no irradiados.

A continuación, se muestran las tablas con las propiedades obtenidas de Goodfellow con diferentes porcentajes de fibras hexcel.

En las tablas, las muestras M1, M2 y M3 se han ensayado a 0,5 mm/min y las muestras M4, M5 y M6 a 1 mm/min.

GF	M1	M2	M3	M4	M5	M6	$\mu \pm \sigma$
Fuerza Pico (N)	65,46	64,35	63,41	58,30	63,90	69,03	64,08 $\pm$ 3,47
Fuerza rotura (N)	54,90	53,96	52,86	49,02	52,02	57,05	53,30 $\pm$ 2,73
Extensión a la rotura (mm)	3,42	3,45	3,72	3,17	3,42	3,37	3,43 $\pm$ 0,18
Pendiente inicial (u.a.)	33,38	29,47	32,75	16,77	17,04	23,41	25,47 $\pm$ 7,52

Tabla 10.1. Tabla de resultados obtenidos en el ensayo de SPT de UHMWPE.

GF + 0,5% HEXCEL	M1	M2	M3	M4	M5	M6	$\mu \pm \sigma$
Fuerza Pico (N)	64,87	66,96	62,81	64,99	64,01	63,95	64,60 $\pm$ 1,40
Fuerza rotura (N)	54,90	56,77	51,98	54,00	53,14	52,02	53,80 $\pm$ 1,84
Extensión a la rotura (mm)	3,48	3,77	3,32	3,47	3,09	3,41	3,42 $\pm$ 0,22
Pendiente inicial (u.a.)	31,02	38,61	32,28	30,57	30,63	27,53	31,77 $\pm$ 3,70

Tabla 10.2. Tabla de resultados obtenidos en el ensayo de SPT de UHMWPE con 0,5% de fibras de carbono.

<b>GF + 1% HEXCEL</b>	<b>M1</b>	<b>M2</b>	<b>M3</b>	<b>M4</b>	<b>M5</b>	<b>M6</b>	<b><math>\mu \pm \sigma</math></b>
Fuerza Pico (N)	65,37	64,71	65,54	66,98	61,61	66,34	65,09 $\pm$ 1,88
Fuerza rotura (N)	55,66	53,97	55,04	56,97	52,12	54,35	54,69 $\pm$ 1,64
Extensión a la rotura (mm)	3,46	3,48	3,13	3,68	3,05	3,67	3,41 $\pm$ 0,27
Pendiente inicial (u.a.)	26,73	30,19	31,50	25,94	21,95	32,88	28,20 $\pm$ 4,08

*Tabla 10.3. Tabla de resultados obtenidos en el ensayo de SPT de UHMWPE con 1% de fibras de carbono.*

<b>GF + 3% HEXCEL</b>	<b>M1</b>	<b>M2</b>	<b>M3</b>	<b>M4</b>	<b>M5</b>	<b>M6</b>	<b><math>\mu \pm \sigma</math></b>
Fuerza Pico (N)	64,18	61,08	63,64	68,92	69,10	69,12	66,01 $\pm$ 3,49
Fuerza rotura (N)	51,02	51,03	52,12	55,48	51,92	54,44	52,67 $\pm$ 1,86
Extensión a la rotura (mm)	3,15	3,27	3,00	3,41	3,67	3,30	3,30 $\pm$ 0,23
Pendiente inicial (u.a.)	38,46	28,98	37,16	38,66	24,06	37,55	34,15 $\pm$ 6,13

*Tabla 10.4. Tabla de resultados obtenidos en el ensayo de SPT de UHMWPE con 3% de fibras de carbono.*

A continuación se han graficado las curvas del UHMWPE mezclado con los diferentes porcentajes de fibras de carbono, para después comparar los polietilenos irradiados con los no irradiados a dos velocidades diferentes: 0,5 y 1 mm/min.



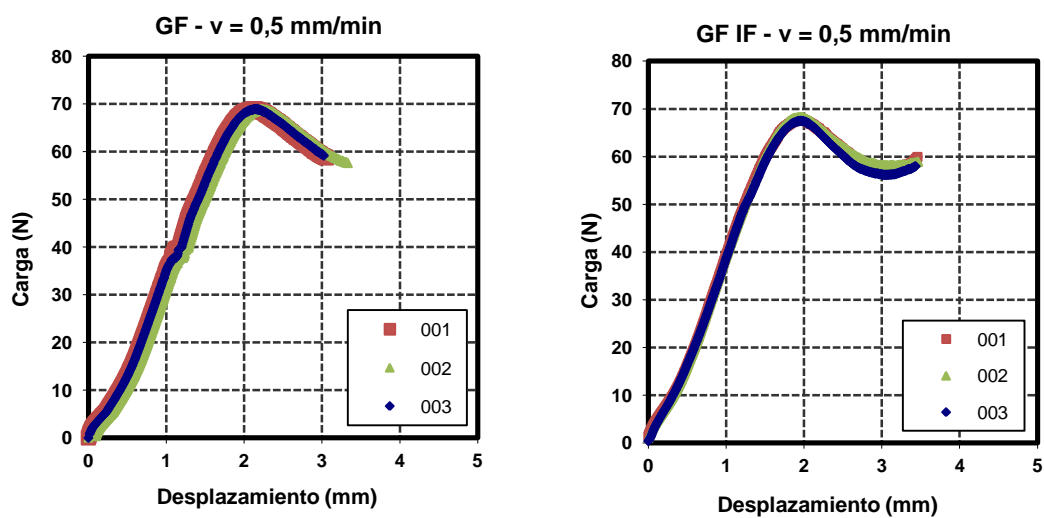


Figura 27.1. Gráficos obtidos en el ensayo de SPT a 0,5 mm/min de GF vírgenes e irradiados.

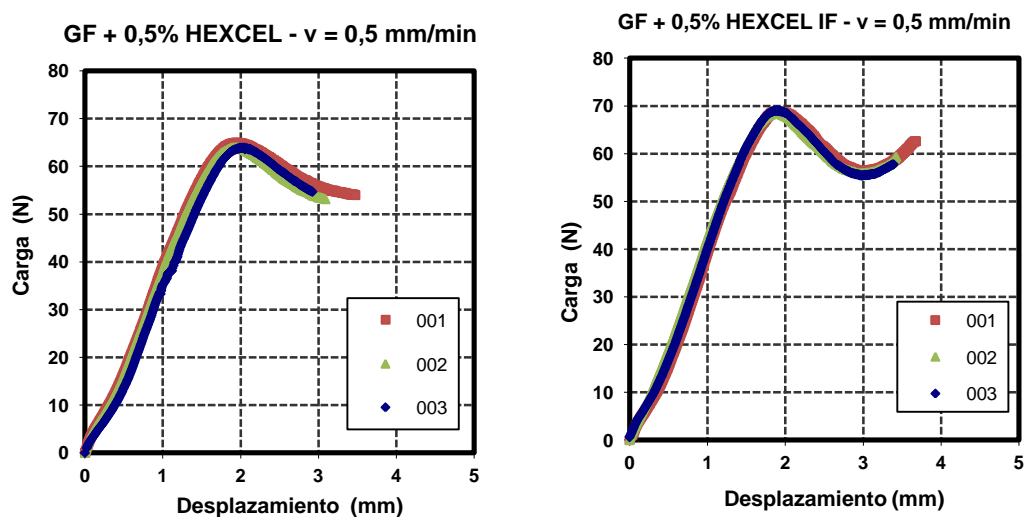


Figura 27.2. Gráficos obtidos en el ensayo de SPT a 0,5 mm/min de  
GF + 0,5% HEXCEL vírgenes e irradiados.

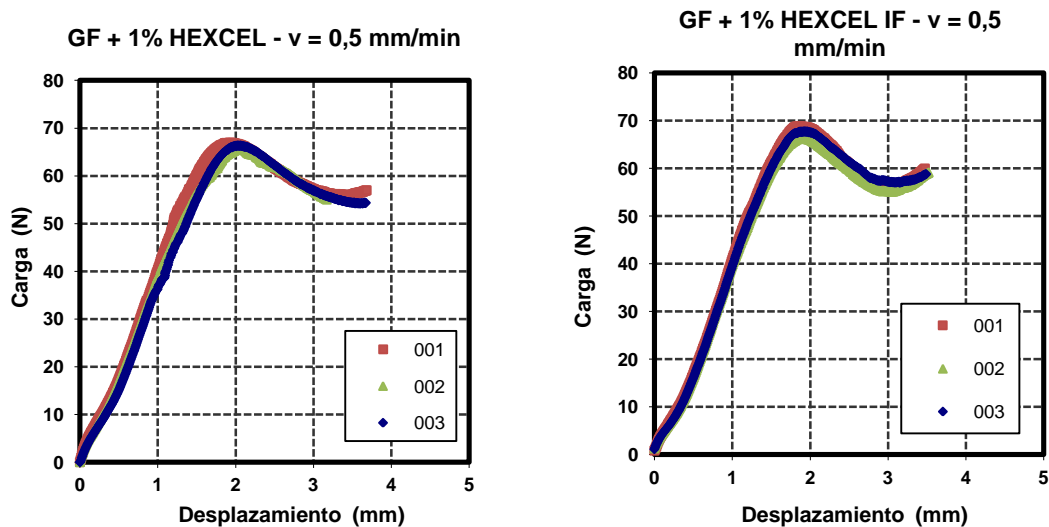


Figura 27.3. Gráficos obtenidos en el ensayo de SPT a 0,5 mm/min de  
GF + 1% HEXCEL vírgenes e irradiados.

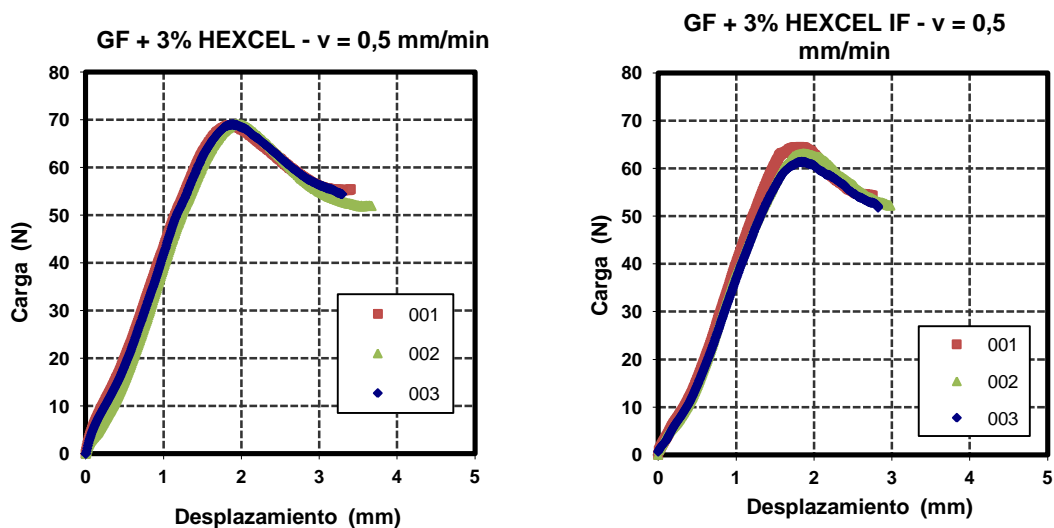


Figura 27.4. Gráficos obtenidos en el ensayo de SPT a 0,5 mm/min de  
GF + 3% HEXCEL vírgenes e irradiados.

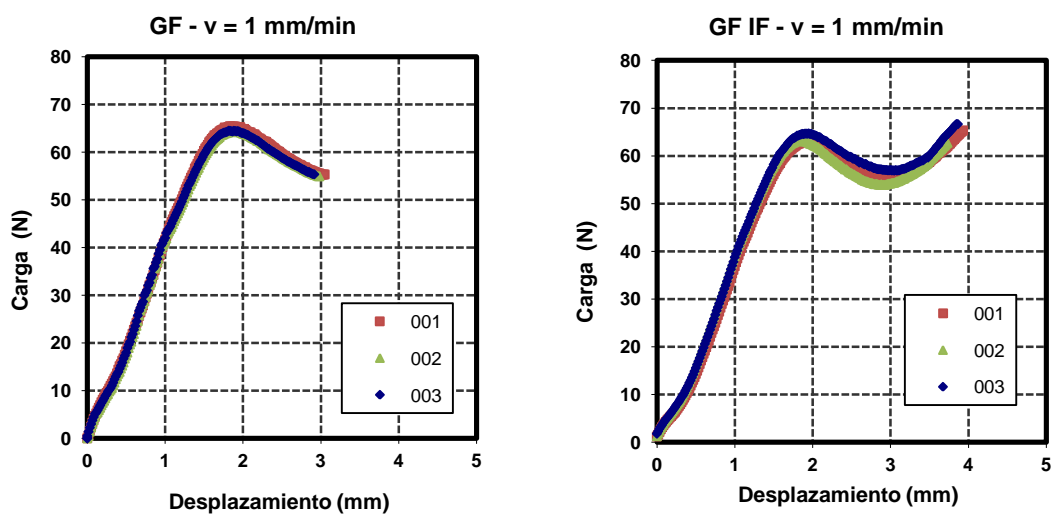


Figura 27.5. Gráficos obtidos en el ensayo de SPT a 1 mm/min de GF vírgenes e irradiados.

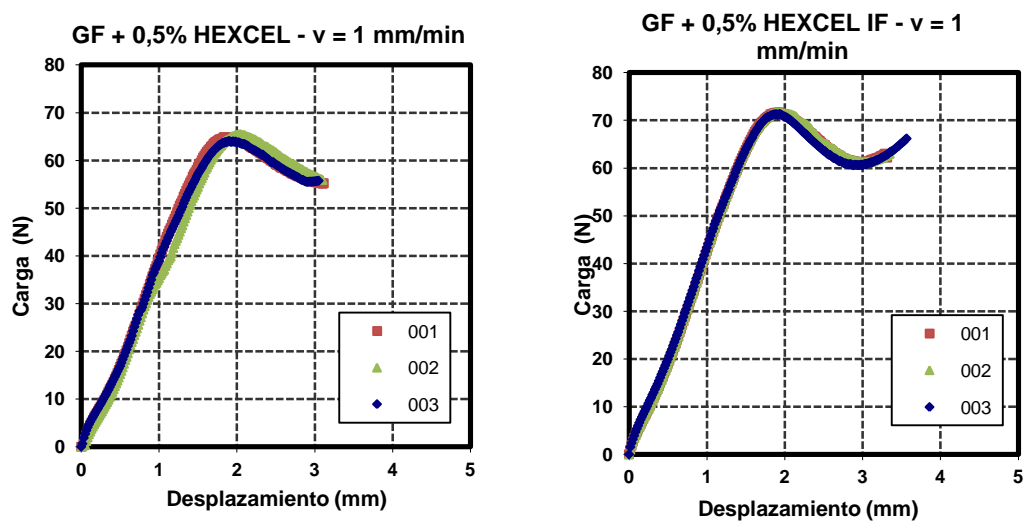


Figura 27.6. Gráficos obtidos en el ensayo de SPT a 1 mm/min de GF + 0,5% HEXCEL vírgenes e irradiados.

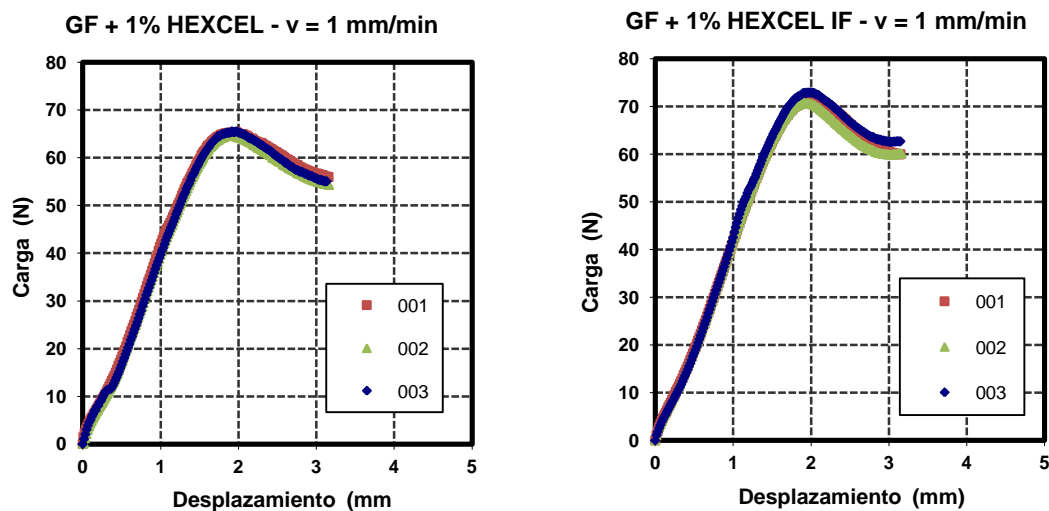


Figura 27.7. Gráficos obtenidos en el ensayo de SPT a 1 mm/min de  
GF + 1% HEXCEL vírgenes e irradiados.

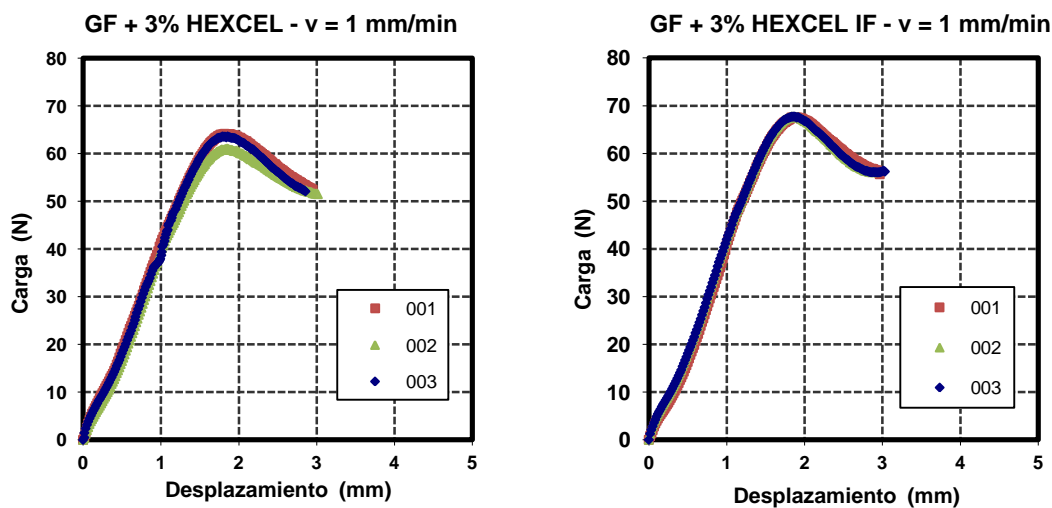


Figura 27.8. Gráficos obtenidos en el ensayo de SPT a 1 mm/min de  
GF + 3% HEXCEL vírgenes e irradiados.

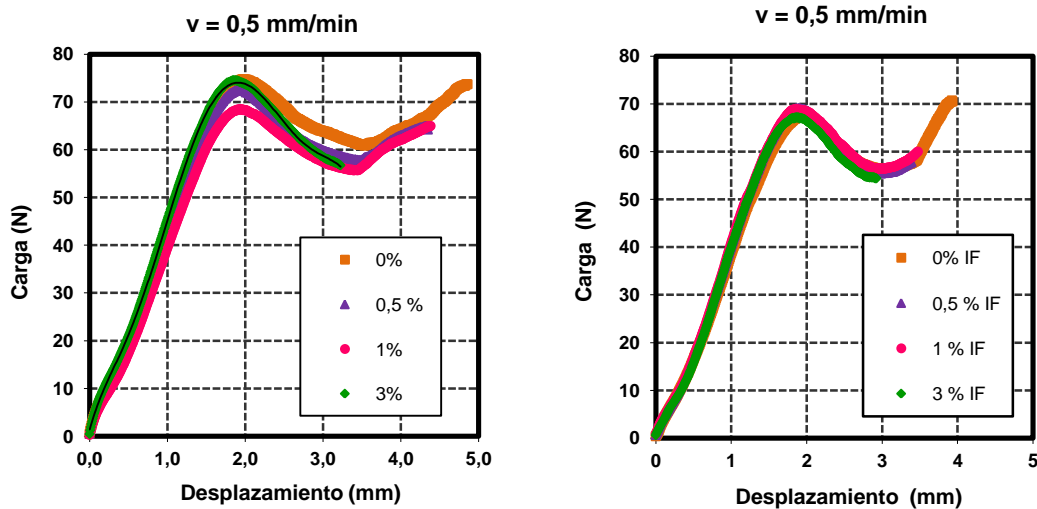


Figura 28. Gráficos obtenidos en el ensayo de SPT de UHMWPE con diferentes % fibras de carbono vírgenes e irradiadas.

## 9. CONCLUSIONES

En relación a los objetivos marcados al principio de este proyecto, se van a presentar las principales conclusiones obtenidas:

1. Se ha realizado la optimización del proceso de termoconformado del UHMWPE de grado médico reforzado con fibras de carbono llegando a obtener un material bien consolidado y con buena adherencia matriz-fibra.
2. Mediante los ensayos de tracción uniaxial, comprobamos que el módulo elástico tiende a aumentar conforme se incrementa el % de fibra. Igual ocurre al aplicar la radiación gamma.
3. La tensión de fluencia ( $\sigma_y$ ) no se ve afectada por el % de fibra pero sí lo hace por efecto de la irradiación, aumentando con ella. La tensión de rotura ( $\sigma_{uts}$ ) aumenta levemente con contenidos en fibra del 0,5 % y del 1%. En el caso de materiales con presencia de fibras,  $\sigma_{uts}$  disminuye sensiblemente al aplicar la irradiación.
4. La elongación a rotura A(%), y por tanto la ductilidad del material, no disminuye apreciablemente al aumentar el % de fibra pero sí al aplicar la radiación gamma.
5. Mediante el ensayo de compresión se verifica que la variación en la tensión real máxima con el % de fibra es pequeña, si bien tiende a aumentar al aplicar la radiación gamma, mientras que la deformación real disminuye con ella.

6. La relación entre las áreas bajo los ciclos 1 y 50 ( $A_1/A_{50}$ ) tiende a disminuir conforme aumenta el % de fibra.
7. Se observa que una semana después del ensayo, la deformación se había reducido en un 10% aproximadamente, lo cual se relaciona con el efecto de memoria de forma y la visco-elasticidad del material.
8. En los ensayos de dureza Shore, se verifica que la dureza a los 3 segundos es mayor que a los 15 en todos los materiales; y que al aumentar el % de fibras d carbono aumenta la dureza del material. Lo mismo ocurre con la radiación.
9. Como norma general, se observa que las cargas máximas obtenidas mediante el ensayo de indentación aumentan con el % de fibra y con la aplicación de la radiación gamma.
10. De los ensayos de "small punch" se desprende que la fuerza máxima (y más propiamente la fuerza máxima normalizada por el espesor de la probeta) es independiente del % de fibras. Además, se observa que dicha fuerza máxima sí es dependiente de la irradiación, obteniéndose valores sensiblemente mayores al aplicar los 90 kGy.
11. El desplazamiento a la rotura, y por tanto la ductilidad del material, depende tanto del refuerzo de fibras como de la irradiación aplicada, reduciéndose conforme aumentan ambos. No se aprecia una variación sensible en ninguno de los parámetros estudiados con la velocidad de ensayo.

## **10. REFERENCIAS**

1. A Primer on UHMWPE (chapter 1). UHMWPE Biomaterials Handbook. Steven M. Kurtz.
2. Development and Application of the Small Punch Test to UHMWPE (chapter 32). UHMWPE Biomaterials Handbook. Steven M. Kurtz.
3. Composite UHMWPE Biomaterials and Fibers (chapter 17) UHMWPE Biomaterials Handbook. Steven M. Kurtz.
4. UHMWPE/Hyaluronian Microcomposite Biomaterials (chapter 18) UHMWPE Biomaterials Handbook. Steven M. Kurtz.
5. Caucho vulcanizado o termoplástico. Determinación de la dureza de indentación. Parte 1: Método de durómetro (dureza Shore). AENOR.
6. Ingeniería de materiales para industria y construcción. Jesús Martín Sanjosé, María Antonieta Madre Sediles y José Manuel Franco Gimeno.

7. Medel F, Kurtz SM, Klein G, Levine H, Sharkey P, Austin M, Kraay M, Rimnac CM. Clinical, Surface Damage and Oxidative Performance of Poly II Tibial Inserts After Long-Term Implantation J. Long-Term Eff. Med. Impl. 2008; 18(2):151-16
8. Thermomechanical behavior of virgin and highly crosslinked ultra-high molecular weight polyethylene used in total joint replacements. S.M. Kurtz, M.L. Villarraga, M.P. Herr, J.S. Bergstrom, C.M. Rimnac, A.A. Edidin.
9. Adhesion performance of UHMWPE after different surface modification techniques. R. Oosterom, T.J. Ahmeda, J.A. Poulis b, H.E.N. Bersee.
10. Comparative Cyclic Stress-Strain and Fatigue Resistance Behavior of Electron-Beam- and Gamma-Irradiated Ultrahigh Molecular Weight Polyethylene. I. Urriés, F. J. Medel, R. Ríos, E. Gómez-Barrena, J.A. Puértolas.

## **11. RESUMEN ZAGUAN**

En este proyecto mediante un proceso de termoconformado se han producido los compuestos de polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE) reforzado con fibras de carbono a distintos porcentaje; dando como resultado muestras de fibras de carbono vírgenes e irradiadas a distintos porcentajes.

Con estas muestras se han llevado a cabo diferentes ensayos, de tracción y compresión uniaxial, de dureza Shore, "small punch" e indentación.

## ***ANEXO A: GUÍA DE USO MÁQUINA INSTRON***

Todos los ensayos realizados en este proyecto se han realizado mediante una máquina Instron 5565. El uso y manejo de la máquina se puede describir mediante las siguientes pautas.

- Medir las dimensiones de las muestras que se van a ensayar.
- Se enciende el ordenador y se carga el sistema operativo. Una vez realizados este paso se procede al encendido de la máquina.
- Elegir el tipo de programa y los parámetros de operación para el tipo de ensayo a realizar.
- Colocar la probeta en los platos.
- Proporcionar al programa las dimensiones de la probeta y los parámetros de la operación restantes.
- Iniciar la prueba determinada. La curva o los ciclos comenzaran a formarse en la pantalla.
- Al concluir el experimento, guardar los resultados obtenidos.